

ГОСТ 29304—92
(ИСО 3330—75)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИТРАТ АММОНИЯ ТЕХНИЧЕСКИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ
АММОНИЙНОГО АЗОТА (ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ)
ПОСЛЕ ДИСТИЛЛЯЦИИ

Издание официальное

БЗ 10—2003

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

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**НИТРАТ АММОНИЯ ТЕХНИЧЕСКИЙ****Метод определения содержания аммонийного азота (титриметрический) после дистилляции****ГОСТ
29304—92**

Ammonium nitrate for industrial use. Method for determination of ammoniacal nitrogen content (titrimetric) after distillation

(ИСО 3330—75)МКС 71.060.50
ОКСТУ 2109Дата введения **01.01.93**

Настоящий стандарт устанавливает метод определения (титриметрический) содержания аммонийного азота, применяемый после дистилляции в нитрате аммония промышленного назначения.

Дополнительные требования, отражающие потребности народного хозяйства, выделены курсивом.

1. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на дистилляции аммиака после вытеснения раствором щелочи, поглощении в избытке стандартного объемного раствора серной кислоты и обратном титровании стандартным объемным раствором едкого натра в присутствии индикатора.

2. РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ И АППАРАТУРА

В ходе анализа следует применять реактивы известной аналитической квалификации и дистиллированную воду по ГОСТ 6709 или воду эквивалентной чистоты.

Едкий натр по ГОСТ 4328, х. ч., раствор концентрации 450 г/дм³.

Едкий натр по ГОСТ 4328, х. ч., раствор молярной концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,5$ моль/дм³.

Серная кислота по ГОСТ 4204, х. ч., раствор молярной концентрации $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,5$ моль/дм³.

Этиловый спирт по ГОСТ 18300, 1-й сорт.

Смешанный индикатор, этанольный раствор: метиловый красный по ТУ 6—09—5169, метиленовый голубой по ТУ 6—09—29.

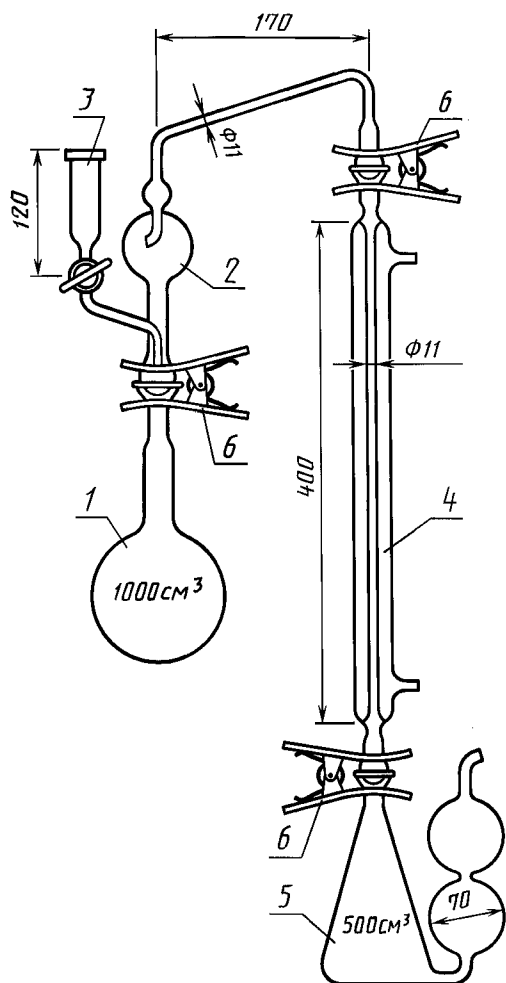
0,1 г метилового красного растворяют приблизительно в 50 см³ 95 %-ного (по объему) спирта, добавляют 0,05 г метиленового голубого и после растворения разбавляют до 100 см³ тем же самым спиртом.

Допускается готовить смешанный индикатор по ГОСТ 4919.1.

Обычная лабораторная аппаратура.

Дистилляционный аппарат с предпочтительно притертыми стеклянными соединениями или иной аппарат, обеспечивающий количественную дистилляцию и поглощение (см. чертёж).

Дистилляционный аппарат



1 — дистилляционная колба; 2 — разбрызгивающая головка; 3 — цилиндрическая капельная воронка; 4 — холодильник Либиха; 5 — коническая колба; 6 — пружинные зажимы

Аппарат может состоять из следующих частей:
- дистилляционной колбы 1 вместимостью 1000 см³ с внешним соединением;

- разбрызгивающей головки 2 с соединениями, входящими в другую деталь, и параллельным входом и выходом, в который вплавлена цилиндрическая капельная воронка 3 вместимостью 50 см³;

- холодильника Либиха 4 длиной около 400 мм, соединенного с внешним соединением на входе и выходе;

- конической колбы 5 вместимостью 500 см³ с внешним соединением и соединенной с двумя боковыми шариками;

- пружинных зажимов 6.

Допускается использовать аппарат для отгонки аммиака, состоящий из следующих частей:

- колбы К-2—1000—42 ХС по ГОСТ 25336;

- каплеуловителя КО-60 ХС по ГОСТ 25336;

- воронки ВК-100 ХС по ГОСТ 25336;

- холодильника ХПТ-2—400—29/32 ХС по ГОСТ 25336;

- колбы КН-2—500—34 по ГОСТ 25336;

- барботера или колбы (приемника) конической вместимостью 500 см³ с отводной трубкой;

- электроплитки по ГОСТ 14919 или колбонагревателя.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104*, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Набор гирь Г-2—210 по ГОСТ 7328.

Колба 2-500—2 по ГОСТ 1770.

Цилиндр 1(3)—50, 1(3)—100, 1(3)—500 по ГОСТ 1770.

Бюретки 1(3)—2—25—0,1, 1(3)—2—50 по ГОСТ 29251.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Проба для анализа

10 г образца взвешивают с погрешностью не более 0,001 г.

3.2. Контрольное испытание

Контрольное испытание проводят в то же время, что и определение, следуя той же процедуре и используя то же количество реактивов.

3.3. Определение

3.3.1. Приготовление раствора пробы

Навеску пробы помещают в колбу вместимостью 500 см³, растворяют в воде, доливают до метки и перемешивают.

3.3.2. Дистилляция

50 см³ раствора пробы помещают в дистилляционную колбу 1. Добавляют 350 см³ воды и несколько «кипелок». Соединения прибора смазывают силиконовой смазкой. Разбрызгивающую головку помещают на колбу и соединяют ее с холодильником.

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

40 см³ стандартного раствора серной кислоты, около 80 см³ воды и несколько капель смешанного индикаторного раствора помещают в коническую колбу 5. Колбу присоединяют к холодильнику, обеспечивая плотное соединение аппарата пружинными зажимами.

20 см³ раствора едкого натра концентрации 450 г/дм³ вводят в колбу 1 через капельную воронку, оставляя несколько капель жидкости над краном.

Дистилляцию проводят до тех пор, пока в колбе не соберется около 250—300 см³ дистиллята. Прекращают нагрев, открывают кран капельной воронки 3, отсоединяют разбрызгивающую головку 2 и осторожно промывают холодильник 4, собирая промывные воды в колбу. Окончательно отсоединяют колбу.

3.3.3. Титрование

Осторожно перемешивают раствор, содержащийся в колбе и в двух боковых шариках, и проводят обратное титрование избытка стандартного раствора серной кислоты стандартным раствором едкого натра.

В процессе титрования осторожно перемешивают раствор.

Примечание. Проведение испытания описано для аппарата, указанного в разд. 2, применение другого аппарата требует модификации метода.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю аммонийного азота, выраженную в процентах по массе азота, вычисляют по формуле

$$(V_1 - V_2) \cdot 0,007004 \cdot \frac{500}{50} \cdot \frac{100}{m} = \frac{7,004 (V_1 - V_2)}{m},$$

где V_1 — объем стандартного раствора едкого натра, израсходованный на обратное титрование избытка стандартного раствора серной кислоты, помещенный в колбу для контрольного испытания, см³;

V_2 — объем стандартного раствора едкого натра, израсходованный на обратное титрование избытка стандартного раствора серной кислоты, помещенный в колбу для определения, см³;

m — масса пробы для анализа, г;

0,007004 — масса азота, соответствующая 1 см³ 0,5 моль/дм³ раствора серной кислоты, г.

Пределы допустимого значения суммарной погрешности результата измерения ± 1 % при доверительной вероятности 0,95 (для массовой доли аммонийного азота 17 %).

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное значение расхождения между которыми не превышает допустимое расхождение, равное 0,2 % при доверительной вероятности 0,95 (для массовых долей аммонийного азота 16,5 % — 18,5 %).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН Государственным научно-исследовательским и проектным институтом азотной промышленности и продуктов органического синтеза
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 13.02.92 № 151

Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 3330—75 «Нитрат аммония промышленный. Определение содержания аммиачного азота. Титриметрический метод после дистилляции» с дополнительными требованиями, отражающими потребности народного хозяйства

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 1770—74	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4328—77	2
ГОСТ 4919.1—77	2
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 7328—2001	2
ГОСТ 14919—83	2
ГОСТ 18300—87	2
ГОСТ 24104—88	2
ГОСТ 29251—91	2
ГОСТ 25336—82	2
ТУ 6—09—29—76	2
ТУ 6—09—5169—84	2

5. ПЕРЕИЗДАНИЕ. Май 2004 г.

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 29.04.2004. Подписано в печать 31.05.2004. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-издл. 0,45.
Тираж 56 экз. С 2439. Зак. 195.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
<http://www.standards.ru> e-mail: info@standards.ru
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов