

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****Определение массовой доли воды методом Фишера****ГОСТ
28326.2—89**

Technical liquid ammonia.

Determination of water mass percentage by Fischer method

(ИСО 7105—85)МКС 71.100.20
ОКСТУ 2109Дата введения **01.07.90**

Настоящий стандарт устанавливает метод определения массовой доли воды по Фишеру в жидком техническом аммиаке марки А в интервале массовых долей от 0,05 % до 0,14 % и в продукте марок А_к и Б для массовой доли воды менее 0,2 % при разногласиях в ее оценке.

Метод основан на взаимодействии йода с оксидом серы (IV) и водой в среде метанола и пиридина в процессе титрования испытуемой пробы реактивом Фишера. Точку эквивалентности определяют электрометрически по возникновению тока между двумя платиновыми электродами с появлением в растворе свободного йода.

1. ОТБОР ПРОБ

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 6221.

В пробирку с этиленгликолем помещают пробу аммиака, доводя объем до метки, соответствующей 100 см³.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Пробирка пробоотборная по ГОСТ 6221.

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 СОПр-36—1—000.

Установка электрометрического титрования по ГОСТ 14870 или любой другой прибор, обеспечивающий измерение с той же суммарной погрешностью.

Колба 2—50—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 2—2—2; 2—2—10; 2—2—20 по НТД.

Цилиндр 2—100 по ГОСТ 1770.

Капельница 3—7/11 ХС по ГОСТ 25336.

Бюкса из тефлона ($d = 8$ мм, $H = 20$ мм).

Склянка из темного стекла вместимостью 2 дм³.

Микрошприц МШ-10.

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

Реактив Фишера (растворы № 1 и 2).

Метанол-яд по ГОСТ 6995, х.ч., или по ГОСТ 2222.

Этиленгликоль по ГОСТ 10164, х.ч.

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

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



С. 2 ГОСТ 28326.2—89

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х.ч., ледяная, с массовой долей воды не более 0,2 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Смесь метанола с уксусной кислотой в объемном соотношении 9:1, готовят непосредственно перед анализом.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление рабочих растворов реактива Фишера

Реактив Фишера выпускают в виде двух растворов: раствора № 1 (раствор оксида серы (IV) в пиридине) и раствора № 2 (раствор йода в метаноле).

При смешивании этих растворов в соотношении 1:2,17 и при соответствующем разбавлении при необходимости этой смеси метанолом (в зависимости от массовой доли воды в жидком аммиаке) получают рабочий раствор реактива Фишера.

При отсутствии реактива Фишера его рабочий раствор можно приготовить по ГОСТ 14870.

Рабочий раствор реактива Фишера готовят в темной герметически закрывающейся посуде. Приготовленный рабочий раствор пригоден для анализа через 24 ч после его приготовления. К применению пригоден реактив, имеющий титр не менее 2 мг/см³.

3.2. Установка титра рабочего раствора реактива Фишера

В реакционную колбу через боковой тубус вносят метанол и проводят титрование электрометрически по ГОСТ 14870.

В предварительно взвешенную тefлоновую бюксу с крышкой вносят из капельницы одну каплю дистиллированной воды (20—30 мг) и снова взвешивают. Массу навески воды вычисляют по разности результатов двух взвешиваний. Затем через боковой тубус в колбу вносят тefлоновую бюксу с навеской воды, предварительно быстро сняв с нее крышку.

Воду в реакционную колбу можно вносить также с помощью микрошприца. В микрошприц набирают 10 мкл воды, взвешивают микрошприц с водой, затем через боковой тубус вносят воду в реакционную колбу и вновь взвешивают микрошприц (результаты всех взвешиваний записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

Включают мешалку и содержимое колбы перемешивают в течение 2 мин, затем титруют раствор так же, как и при проведении фортирования метанола. Титр рабочего раствора реактива Фишера (T) в миллиграммах на кубический сантиметр вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V},$$

где m — масса навески воды, мг;

V — объем рабочего раствора реактива Фишера, израсходованный на титрование навески воды, см³.

Титр рабочего раствора реактива Фишера вычисляют из результатов 2—3 параллельных определений.

3.3. Подготовка анализируемого раствора

После испарения жидкого аммиака растворившийся в этиленгликоле аммиак нейтрализуют раствором уксусной кислоты в метаноле (аммиак мешает определению воды при титровании рабочим раствором реактива Фишера), для чего промывают пробирку 10 см³ смеси метанола с уксусной кислотой. Затем содержимое пробоотборной пробирки переводят количественно несколькими порциями смеси метанола с уксусной кислотой в мерную колбу вместимостью 25—50 см³, доводят объем той же смесью до метки и перемешивают.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

5—20 см³ приготовленного в соответствии с п. 3.3 раствора отбирают пипеткой и переносят в колбу для титрования, в которой находится оттитрованная порция метанола. Титрование проводят как при установке титра рабочего раствора реактива Фишера.

Для контрольного определения в пробоотборную пробирку, высушенную в тех же условиях, что и пробирка, используемая для отбора пробы, вводят 2 см³ этиленгликоля и далее выполняют все операции, что и при анализе раствора после испарения аммиака.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю воды (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_0) \cdot T \cdot V_2 \cdot K \cdot 100}{(V_3 - V_4) \cdot 0,682 \cdot V_5 \cdot 1000},$$

где V_1 — объем рабочего раствора реактива Фишера, израсходованный на титрование рабочей пробы, см³;

V_0 — объем рабочего раствора реактива Фишера, израсходованный на титрование контрольной пробы, см³;

T — титр реактива Фишера по воде, мг/см³;

V_2 — объем мерной колбы, используемой для приготовления анализируемого раствора, см³;

K — коэффициент испарения (ГОСТ 28326.1, приложение);

V_3 — суммарный объем жидкого аммиака и этиленгликоля, см³;

V_4 — объем этиленгликоля, см³;

0,682 — плотность жидкого аммиака, г/см³;

V_5 — объем анализируемого раствора, отобранный в колбу для титрования, см³.

После преобразования формула примет вид

$$X = \frac{(V_1 - V_0) \cdot T \cdot V_2 \cdot K}{6,82 (V_3 - V_4) \cdot V_5}.$$

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает допустимое расхождение, равное 0,05 %, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 20 % при доверительной вероятности $P = 0,95$ (для массовой доли воды 0,08 %).

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Реактив Фишера содержит токсичные вещества — пиридин и метанол. Пиридин — легковоспламеняющаяся жидкость с резким неприятным запахом, обладающая раздражающим, общедови- тым действием. Предельно допустимая концентрация паров пиридина в воздухе производственных помещений — 5 мг/м³ по ГОСТ 12.1.005. При загорании пиридин тушат с помощью углекислотного огнетушителя.

Метанол-яд может проникать в организм через кожу. Пары метанола раздражают слизистую оболочку глаз, вызывают заболевание верхних дыхательных путей. Предельно допустимая концент- рация паров метанола в воздухе производственных помещений — 5 мг/м³ по ГОСТ 12.1.005.

Работу с жидким аммиаком проводят только внутри хорошо вентилируемого вытяжного шкафа.

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 № 3315
3. ВЗАМЕН ГОСТ 6221—82 в части п. 4.5
4. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 6381—88 и международному стандарту ИСО 7105—85
5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.005—88	6
ГОСТ 61—75	2
ГОСТ 1770—74	2
ГОСТ 2222—95	2
ГОСТ 6221—90	1
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 6995—77	2
ГОСТ 7328—82	2
ГОСТ 10164—75	2
ГОСТ 14870—77	2, 3.1, 3.2
ГОСТ 24104—88	2
ГОСТ 25336—82	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