

ГОСТ 29302—92  
(ИСО 3331—75)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

---

# НИТРАТ АММОНИЯ ТЕХНИЧЕСКИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ОБЩЕГО АЗОТА  
(ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ) ПОСЛЕ ДИСТИЛЛЯЦИИ

Издание официальное

БЗ 10—2003

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
Москва

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ****НИТРАТ АММОНИЯ ТЕХНИЧЕСКИЙ****Метод определения содержания общего азота (титриметрический) после дистилляции****ГОСТ  
29302—92**

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

**(ИСО 3331—75)**МКС 71.060.50  
ОКСТУ 2109Дата введения **01.01.93**

Настоящий стандарт устанавливает метод определения общего азота, применяемый после дистилляции в техническом нитрате аммония.

Дополнительные требования, отражающие потребности народного хозяйства, выделены курсивом.

**1. СУЩНОСТЬ МЕТОДА**

Метод основан на восстановлении нитратного азота до аммиачного сплавом Дебарда в присутствии гидроксида натрия с последующей отгонкой аммиака из щелочного раствора в раствор серной кислоты и обратном титровании избытка кислоты раствором гидроксида натрия в присутствии смешанного индикатора.

**2. РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ И АППАРАТУРА**

При выполнении анализа используют реактивы известной аналитической квалификации и дистиллированную воду по ГОСТ 6709 или воду эквивалентной чистоты.

Сплав Дебарда (Al 45 % — Cu 50 % — Zn 5 %) с размером зерна около 0,2 — 0,3 мм.

Едкий натр по ГОСТ 4328, раствор массовой концентрации 450 г/дм<sup>3</sup>.

Едкий натр по ГОСТ 4328, х. ч., раствор концентрации  $c(\text{NaOH}) = 0,5$  моль/дм<sup>3</sup>.

Серная кислота по ГОСТ 4204, х. ч., раствор концентрации  $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,5$  моль/дм<sup>3</sup>.

Смешанный индикатор, спиртовой раствор:

0,1 г метилового красного растворяют в 50 см<sup>3</sup> 95 %-ного этанола, добавляют 0,05 г метилового голубого и после растворения доводят до 100 см<sup>3</sup> тем же этанолом.

*Допускается готовить смешанный индикатор по ГОСТ 4919.1: спиртовой раствор метилового красного и водно-спиртовой раствор бромкрезолового зеленого.*

Обычная лабораторная аппаратура, а также дистилляционный аппарат, предпочтительно со специальными притертыми соединениями или аппарат подобного типа, обеспечивающий количественную перегонку и поглощение.

Аппарат может состоять из следующих частей (см. чертеж):

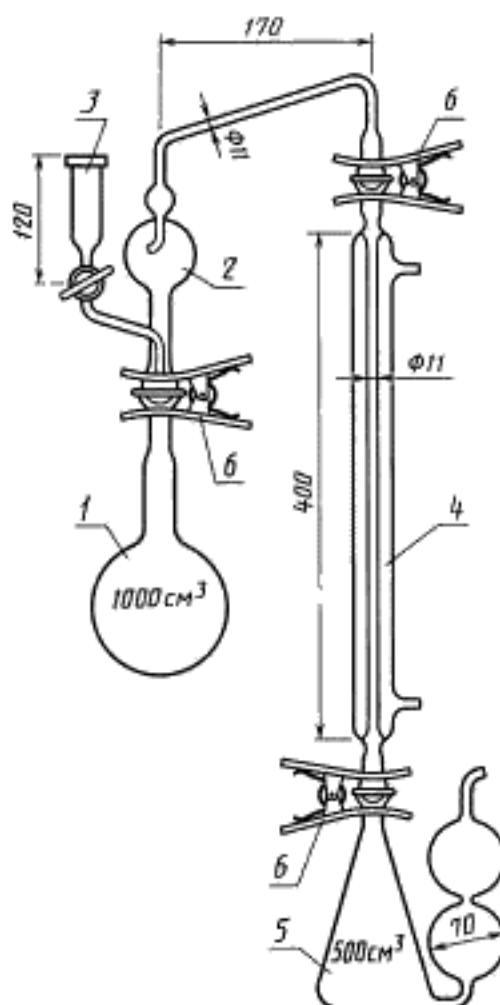
- дистилляционной колбы вместимостью 1000 см<sup>3</sup> с внешним соединением;
- разбрызгивающей головки с внешними соединениями и параллельными входом и выходом, к которому присоединена цилиндрическая капельная воронка вместимостью 50 см<sup>3</sup>;
- холодильника Либиха с действующей длиной около 400 мм, соединенного внешним соединением на входе и выходе;
- конической колбы вместимостью 500 см<sup>3</sup> с внешним соединением, соединенной с двумя круглыми сосудами;
- пружинных зажимов.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1992  
© ИПК Издательство стандартов, 2004

Дистилляционный аппарат



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

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

- колбы КГУ-2—1—1000—29/32 по ГОСТ 25336;
- каплеуловителя КО-14/23—100 ХС по ГОСТ 25336;
- воронки ВК-50 по ГОСТ 25336;
- холодильника ХШ-1—300—29/32 ХС по ГОСТ 25336;
- колбы (приемника) Кн-2—500—34 по ГОСТ 25336 и барботера или колбы (приемника) конической вместимостью 500 см<sup>3</sup> с отводной трубкой.

*Электроплитка по ГОСТ 14919 или колбонагреватель.*

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

#### 3.1. Отбор проб

Около 10 г испытуемой пробы взвешивают с точностью до 0,001 г.

#### 3.2. Определение

##### 3.2.1. Приготовление раствора пробы

Испытуемую пробу помещают в одномерную объемную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, растворяют в воде, доводят до метки и перемешивают.

##### 3.2.2. Превращение нитрата в аммиак и перегонка

25 см<sup>3</sup> раствора пробы помещают в перегонную колбу. Добавляют около 200 см<sup>3</sup> воды, 5 г сплава Дебарда и несколько зерен, препятствующих бурному кипению. Покрывают соединения аппарата силиконовой смазкой. К колбе присоединяют разбрызгивающую головку и подсоединяют ее к холодильнику. 40 см<sup>3</sup> стандартного объемного раствора серной кислоты, около 80 см<sup>3</sup> воды и

несколько капель смешанного раствора индикатора помещают в колбу. Соединяют колбу с холодильником, следя за тем, чтобы все соединения аппарата плотно прилегали друг к другу.

В колбу через капельную воронку вводят 25 см<sup>3</sup> раствора едкого натра, оставляя несколько миллилитров жидкости над пробкой.

Медленно нагревают до начала реакции и затем прекращают нагрев.

Через 1 ч перегоняют до  $\frac{2}{3}$  объема дистилляционной колбы.

Прекращают нагрев, открывают кран капельной воронки, отсоединяют распылительную головку и промывают холодильник, собирая смывные воды в колбу. Окончательно отсоединяют колбу.

### 3.2.3. Титрование

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

В процессе титрования раствор осторожно перемешивают.

### 3.2.4. Контрольное испытание

Контрольное испытание проводят одновременно с определением общего азота и следуя той же методике, используя те же количества всех реактивов.

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Общее содержание азота ( $N$ ) в процентах по массе азота вычисляют по формуле

$$N = (V_1 - V_2) \cdot 0,007004 \cdot \frac{500}{25} \cdot \frac{100}{m} = \frac{14,008 \cdot (V_1 - V_2)}{m},$$

где  $V_1$  — объем стандартного раствора едкого натра, израсходованный на обратное титрование избытка стандартного раствора серной кислоты, помещенного в колбу для контрольного титрования, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем стандартного раствора едкого натра, израсходованный на обратное титрование избытка стандартного раствора серной кислоты, помещенного в колбу для определения, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса испытуемой части, г;

0,007004 — масса азота, соответствующая 1 см<sup>3</sup> 0,5 моль/дм<sup>3</sup> стандартного раствора серной кислоты, г.

**Примечание.** Если концентрации стандартных растворов не совсем точно соответствуют указанным в списке реактивов, следует сделать соответствующую корректировку.

*Допускаемая относительная суммарная погрешность результата измерения  $\pm 2,5$  % при доверительной вероятности 0,95 (для массовой доли азота, равной 34 %).*

### 4.2. Контроль точности измерений

*Оперативный контроль осуществляют по расхождению между результатами параллельных наблюдений.*

*За результат измерения принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных наблюдений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,5 %, при доверительной вероятности 0,95 (для массовых долей азота 33,5 % — 34,5 %).*

## 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 11.02.92 № 135  
Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 3331—75 «Нитрат аммония технический. Определение общего содержания азота. Титриметрический метод, применяемый 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 4204—77	2
ГОСТ 4328—77	2
ГОСТ 4919.1—77	2
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 14919—83	2
ГОСТ 25336—82	2

- 5. ПЕРЕИЗДАНИЕ.** Май 2004 г.

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

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 29.04.2004. Подписано в печать 27.05.2004. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,40.  
Тираж 56 экз. С 2433. Зак. 180:

---

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