

ГОСТ 25742.7—83

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МЕТАНОЛ-ЯД ТЕХНИЧЕСКИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АММИАКА И АМИНОСОЕДИНЕНИЙ
В ПЕРЕСЧЕТЕ НА АММИАК

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2007

МЕТАНОЛ-ЯД ТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод определения аммиака и аминоксоединений
в пересчете на аммиак

ГОСТ
25742.7—83

Technical methanol-poison. Method for determination
of ammonia and aminocompounds mass portion
as ammonia

МКС 71.080.60
ОКСТУ 2409

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 14 декабря 1983 г. № 5889 дата введения установлена

01.01.85

Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения аммиака и аминоксоединений в пересчете на аммиак.

Сущность метода заключается во взаимодействии аммиака и аминоксоединений, присутствующих в метаноле, с *n*-бензохиноном и измерении оптической плотности полученного раствора.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 3811—82.

1. ПРИБОРЫ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Колориметр фотоэлектрический лабораторный с устройством для отсчитывания значений оптической плотности и светофильтром с $\lambda = 490$ нм; рабочая длина кюветы — 50 мм.

Весы лабораторные типа ВЛР-200г или ВЛЭ-200г.

Колба КН-1—100—29/32 ТС по ГОСТ 25336—82.

Колба 2—50(100)—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетка вместимостью 5, 10, 25 и 50 см³.

Аммиак жидкий синтетический по ГОСТ 6221—90.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, раствор с массовой долей 25 %.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929—76, х. ч., раствор с массовой долей 30 %.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор концентрации $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.), готовят по ГОСТ 25794.1—83.

Метилловый оранжевый (индикатор), раствор с массовой долей 0,02 %, готовят следующим образом: взвешивают 0,0200 г препарата, растворяют в 80 см³ горячей воды, охлаждают, доводят объем раствора водой до 100 см³.

Метанол-яд технический по ГОСТ 2222—95, марки А.

n-Бензохинон, ч.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

Издание (май 2007 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1990 г. (ИУС 4—91).

© Издательство стандартов, 1984

© Стандартинформ, 2007

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Приготовление раствора аммиака в метаноле

Раствор аммиака в метаноле концентрации около 0,1 моль/дм³ готовят насыщением метанола газообразным аммиаком на установке приготовления водных растворов аммиака по ГОСТ 4517—87. Точную концентрацию в приготовленном растворе устанавливают объемным методом (титрование приготовленного раствора аммиака в метаноле раствором серной кислоты в присутствии индикатора — метилового оранжевого). Из раствора установленной точной концентрации аммиака в метаноле готовят 100 см³ раствора концентрации аммиака в метаноле 1 · 10⁻⁴ моль/дм³ (раствор А), используя расчетную формулу приготовления разбавленных растворов:

$$N_1 V_1 = N_2 V_2;$$

$$V_1 = \frac{1 \cdot 10^{-4} \cdot 100}{N_1},$$

где N_1 — известная концентрация вещества в растворе, моль/дм³;

V_1 — объем раствора известной концентрации вещества, см³;

N_2 — требуемая концентрация вещества в растворе, моль/дм³;

V_2 — объем раствора требуемой концентрации вещества, см³.

Допускается использовать водный аммиак с последующим разбавлением его метанолом для приготовления раствора концентрации 0,1 моль/дм³. Для этого в колбу вместимостью 100 см³ вносят 0,8 см³ водного раствора аммиака, доводят до метки метанолом и перемешивают. Концентрацию аммиака в приготовленном растворе определяют объемным методом. Из данного раствора готовят раствор концентрации аммиака в метаноле 1 · 10⁻⁴ моль/дм³, используя расчетную формулу приготовления разбавленных растворов.

2.2. Приготовление раствора *n*-бензохинона в метаноле

n-Бензохинон, раствор в метаноле, готовят следующим образом: 1,0800 г свежезвезогнанного *n*-бензохинона взвешивают, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в метаноле и доводят метанолом до метки (раствор Б).

2.3. Построение градуировочного графика

В семь мерных колб вместимостью 50 см³ вносят 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 10,0; 25,0; 50,0 см³ раствора А и доводят до метки метанолом. Концентрация аммиака в полученных растворах равна соответственно: 1 · 10⁻⁶; 2 · 10⁻⁶; 5 · 10⁻⁶; 1 · 10⁻⁵; 2 · 10⁻⁵; 5 · 10⁻⁵ и 1 · 10⁻⁴ моль/дм³.

К 50 см³ каждого раствора прибавляют по 1 см³ перекиси водорода, перемешивают и вносят по 1 см³ раствора Б, выдерживают 10—15 мин при комнатной температуре и измеряют оптическую плотность относительно контрольного раствора, приготовленного следующим образом: к 50 см³ метанола добавляют 1 см³ перекиси водорода, 1 см³ раствора Б и перемешивают.

По полученным значениям оптической плотности строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс концентрацию аммиака в моль/дм³, по оси ординат — оптическую плотность.

2.1—2.3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. К 50 см³ анализируемого метанола прибавляют 1 см³ перекиси водорода, тщательно перемешивают, добавляют 1 см³ раствора Б, выдерживают 10—15 мин при комнатной температуре и фотометрируют относительно контрольного раствора, который готовят следующим образом: к 51 см³ анализируемого метанола прибавляют 1 см³ раствора Б.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю аммиака и аминсоединений в пересчете на аммиак (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot 17 \cdot 100}{\rho_4^{20} \cdot 1000},$$

С. 3 ГОСТ 25742.7—83

где C — концентрация аммиака и аминосоединений, найденная по градуировочному графику, моль/дм³;

M — молекулярная масса аммиака, г;

ρ_4^{20} — плотность анализируемого метанола, г/см³.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,000003 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа — 25 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Результат округляют до той степени точности, с которой задана норма.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.М. Капустина*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 01.06.2007. Подписано в печать 25.06.2007. Формат 60×84¹/₈. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл. печ. л. 0,47. Уч.-изд. л. 0,30. Тираж 122 экз. Зак. 509.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.

Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6