

**ЛИТИЙ**

Метод определения азота

**ГОСТ****8775.4—87**

Lithium.

Method for determination of nitrogen

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.07.88

до 01.07.93

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения азота при массовой доле его от 0,003 до 0,2 % в литии.

Метод основан на растворении лития в воде, поглощении выделившегося аммиака серной кислотой и измерении оптической плотности окрашенного раствора после добавления реактива Несслера.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 8775.0—87.

**2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ**

Установка для дистилляции и улавливания аммиака (чертеж). Все части установки изготавливают из стекла «пирекс» или другого термостойкого стекла. Соединительные резиновые трубки и резиновые пробки предварительно очищают кипячением их в 1%-ном растворе гидроксида натрия с последующим промыванием дистиллированной водой, не содержащей аммиака.

Электроплитка по ГОСТ 14919—83 или колбонагреватель.

Фотоколориметр типа ФЭК-56, ФЭК-60, КФК-2.

Камера, заполненная сухим аргоном, содержащим не более 0,2 г/м<sup>3</sup> влаги.

Аргон по ГОСТ 10157—79, осушенный по п. 2.3.1 ГОСТ 8775.1—87.

Стаканчики для взвешивания типа СВ 24/10.

Издание официальное

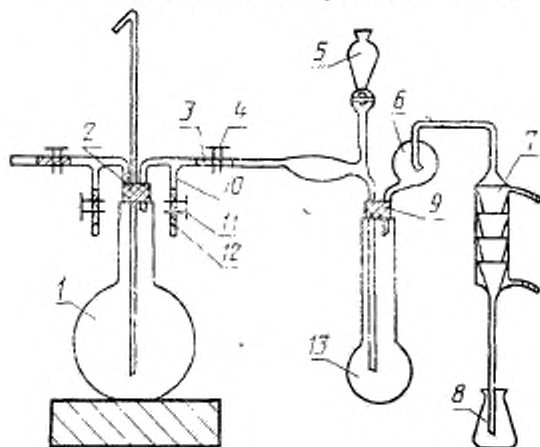
Перепечатка воспрещена

★

47r-95  
40



## Установка для дистилляции и улавливания аммиака



1 — парообразователь — плоскодонная колба вместимостью 500—750 см<sup>3</sup>; 2, 9 — резиновые пробки; 3, 12 — резиновые трубки; 4, 11 — зажимы; 5 — наполнительная воронка для приливания воды; 6 — каллеуловитель; 7 — холодильник; 8 — приемник — коническая колба вместимостью 100—250 см<sup>3</sup> с меткой 60—90 см<sup>3</sup>; 10 — отводная трубка; 13 — реакционная колба (типа Кьельдаля) вместимостью 250—500 см<sup>3</sup>.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72: раствор 1, содержащий 1 мг азота в 1 см<sup>3</sup>, готовят по ГОСТ 4212—76; раствор 2, содержащий 0,01 мг азота в 1 см<sup>3</sup>, готовят разбавлением раствора 1 в сто раз.

Реактив Несслера, готовят по ГОСТ 4517—75.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, 0,005 моль/дм<sup>3</sup> раствор.

## 3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Подготовка установки и проведение контрольного опыта

Перед проведением анализа установку (см. чертеж) промывают струей пара в течение 15—20 мин. Пар поступает из колбы парообразователя, в которую наливают воду до двух третей объема и 1—2 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты. Собирают в приемник примерно 50 см<sup>3</sup> дистиллята. К дистилляту прибавляют 1 см<sup>3</sup> реактива Несслера, перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоколориметре по п. 4.2.2. Значение оптической плотности раствора не должно превышать 0,02, в противном случае операцию подготовки установки повторяют.

### 3.2. Установление градуировочной характеристики

3.2.1. В мерные колбы вместимостью 50 см<sup>3</sup> помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см<sup>3</sup> раствора 2, что соответствует содержанию в колориметрируемых растворах 0,01; 0,02 ... 0,05 мг азота, добавляя 2,5 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, разбавляют водой до половины объема колбы, перемешивают, добавляют 1 см<sup>3</sup> реактива Несслера. Объем растворов доводят до метки водой и снова перемешивают. Одновременно готовят раствор сравнения, содержащий все добавляемые реактивы, кроме раствора 2.

3.2.2. Через 10 мин измеряют оптическую плотность растворов по отношению к раствору сравнения при длине волны 440 нм в кювете с толщиной светопоглощающего слоя 30 мм. По результатам фотометрирования строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массу азота в миллиграммах, а по оси ординат — соответствующее значение оптической плотности.

Градуировочный график проверяют не реже одного раза в квартал, а также в случае смены фотоколориметра или реактивов. Каждую точку графика получают как среднее арифметическое результатов трех измерений.

Допускается нахождение численной линейной зависимости оптической плотности испытуемых растворов от массы содержащегося в них азота. Для этого результаты фотометрирования обрабатывают по методу наименьших квадратов и представляют зависимость по формуле

$$D = a + b m_1, \quad (1)$$

где  $D$  — оптическая плотность раствора;

$m_1$  — масса азота, содержащегося в растворе, мг;

$a, b$  — числовые коэффициенты, определяемые при градуировке.

## 4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Банку с пробой лития, хранящегося в соответствии с ГОСТ 8774—75, помещают в камеру, заполненную сухим аргоном. Кусок лития вынимают из банки пинцетом, удаляют с его поверхности при помощи фильтровальной бумаги масло, помещают на твердую стальную пластинку, очищают поверхность металла и вырезают из середины кусочек массой 0,5—1,5 г лития. Вырезанный кусочек помещают в предварительно взвешенный стаканчик с притертой крышкой. Вынимают стаканчик из камеры и взвешивают.

Допускается очистку поверхности лития и взвешивание вырезанного кусочка производить на воздухе. В этом случае взвешивание производят после очистки и вырезания кусочка металла в течение 5 мин.

В приемник 8 наливают 10 см<sup>3</sup> серной кислоты. Кончик холодильника 7 погружают в кислоту. В воронку 5 наливают 50 см<sup>3</sup> воды. Открывают зажим 11 на отводной трубке 10 и закрывают зажим 4.

4.2. Навеску лития помещают в сухую колбу Кьельдаля, быстро подсоединяют колбу к прибору для отгонки аммиака. Через воронку 5 в колбу 13 приливают воду небольшими порциями. После окончания растворения навески открывают зажим 4 и закрывают зажим 11. Дистилляцию аммиака производят до тех пор, пока в приемнике не будет получено 80—90 см<sup>3</sup> дистиллята.

Содержимое приемника переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, обмывают приемник водой и доводят объем раствора в мерной колбе водой до метки.

4.3. Аликвотную часть раствора 5—25 см<sup>3</sup> (в зависимости от содержания азота) помещают в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до объема 45 см<sup>3</sup>, приливают 1 см<sup>3</sup> реактива Несслера, объем раствора доводят водой до метки и перемешивают. Одновременно готовят раствор сравнения: в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> помещают 0,5—2,5 см<sup>3</sup> серной кислоты (в зависимости от аликвотной части), разбавляют водой до 45 см<sup>3</sup>, приливают 1 см<sup>3</sup> реактива Несслера, доводят до метки водой и перемешивают.

## 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю азота ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot m_1 \cdot 100}{V_1 \cdot m \cdot 1000}, \quad (2)$$

где  $V$  — общий объем анализируемого раствора, см<sup>3</sup>;  
 $V_1$  — аликвотная часть раствора, см<sup>3</sup>;  
 $m$  — масса навески лития, г;  
 $m_1$  — масса азота, мг, установленная по градуировочному графику или вычисленная по формуле

$$m_1 = \frac{1}{b} D \cdot \frac{a}{b}, \quad (3)$$

где  $D$  — оптическая плотность анализируемого раствора;  
 $a, b$  — числовые коэффициенты, определяемые по формуле (1).  
 5.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений (единичных определений) при выполнении условий пп. 2.5, 2.6 и 2.10 ГОСТ 8775.0—87.

### 5.3. Показатели точности

5.3.1. Показатели сходимости и воспроизводимости результатов определений — ( $S^x$ ) и ( $S^*$ ), а также значения погрешности результатов анализа ( $\Delta$ ) приведены в таблице.

Массовая доля азота, %	$S_r^{сх}$	$S_r^н$	$\Delta$ , %
	не более		
$3 \cdot 10^{-3}$	0,13	0,20	$8 \cdot 10^{-4}$
$6 \cdot 10^{-3}$	0,09	0,12	$1 \cdot 10^{-3}$
$4 \cdot 10^{-2}$	0,04	0,06	$3 \cdot 10^{-3}$

5.3.2. Неисключенная систематическая погрешность ( $\Theta$ ) незначима по сравнению со случайной погрешностью.

5.3.3. Значение погрешности результата анализа ( $\Delta$ ) определяют по ГОСТ 8775.0—87.

#### 5.4. Контроль точности анализа

Контроль точности анализа проводят по методу добавок в соответствии с ГОСТ 8775.0—87, при этом в качестве добавки используют раствор хлористого аммония, содержащий 0,01 мг азота в 1 см<sup>3</sup> (раствор 2).

Добавку вводят в навеску пробы через наполнительную воронку 5 до начала растворения пробы.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28.09.87 № 3764
2. Срок первой проверки 1991 г.  
Периодичность проверки 5 лет
3. ВЗАМЕН ГОСТ 8775—75 (разд. 5)
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, приложения
ГОСТ 3773—72	Разд. 2
ГОСТ 4204—77	Разд. 2
ГОСТ 4212—76	Разд. 2
ГОСТ 4517—75	Разд. 2
ГОСТ 8774—75	Разд. 4
ГОСТ 8775.0—87	1.1; 5.2; 5.3.3; 5.4
ГОСТ 8775.1—87	Разд. 2
ГОСТ 10157—79	Разд. 2
ГОСТ 14919—83	Разд. 2

Редактор *Р. С. Федорова*  
 Технический редактор *М. И. Максимова*  
 Корректор *В. Н. Кануркина*

Сдано в наб. 19.10.87 Подп. в печ. 15.12.87 2,25 усл. п. л. 2,25 усл. кр. отт. 1,84 уч. изд. л.  
 Тир. 3000 Цена 10 коп.

Орден «Знак Почета» Издательство стандартов, 12580 Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3  
 Изд. «Московские печатники» Москва, Ярославский пр., д. 3, кв. 148