УДК 661.717.5:006.354.001.4 Группа Л19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КАРБАМИД

Метод определения биурета

Carbamid. Methor of biuret content determination

ГОСТ 27749.1—88

(СТ СЭВ 5894—87)

ОКСТУ 2109

Срок действия с 01.07.90
до 01.07.2000

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает колориметрический метод определения биурета в карбамиде.

Метод заключается в измерении интенсивности окраски комплекса, образуемого биуретом с сернокислой медью в присутствии щелочного раствора виннокислого калия-натрия при аналитической длине волны 540—550 нм.

1. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб — по ГОСТ 2081—75.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ

Допускается применение импортной аппаратуры по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

Колбы 1(2)-50-2 (отливная), 1(2)-100-2, 1(2)-250-2, 1(2)-1000-2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетки 1-2-1, 2-2-5, 2-2-10, 2-2-20, 2-2-25 по ГОСТ 20292—74.

Бюретки 1(3)-2-100 или 1(3)-2-50 по ГОСТ 20292—74.

Спектрофотоколориметр, фотоэлектроколориметр или спектрофотометр любого типа, позволяющий измерять поглощение в области 540—550 нм.

gost.e-ecolog.ru

Кюветы от фотоэлектроколориметра с толщиной слоя 50 мм.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1000 г. Набор гирь Г-2-210 и Г-3-1110 по ГОСТ 7328—82.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165—78; раствор готовят следующим образом: 15 г сернокислой меди (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака) растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1 дм^3, доводят объем водой до метки и перемешивают.

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845—79; раствор готовят следующим образом: 50 г виннокислого калия-натрия (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака) растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1 дм^3, добавляют 40 г гидроокиси натрия (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака), перемешивают, доводят объем водой до метки и снова перемешивают.

Биурет, дважды перекристаллизованный из воды и высушенный до постоянной массы при температуре (105±5)°С. Очищенный биурет хранят в склянке из темного стекла с притертой пробкой.

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Приготовление основного раствора биурета

2 г перекристаллизованного биурета (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака) помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, приливают 500—600 см^3 воды, перемешивают до полного растворения биурета, доводят объем водой до метки и снова перемешивают.

Массовая концентрация биурета в полученном растворе составляет 2 мг/см^3.

3.3. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 вносят с помощью пипеток 1,0; 5,0; 10,0; 20,0; 25,0; 30,0; 35,0; 40,0 см^3 основного раствора биурета, что соответствует 2,0; 10,0; 20,0; 40,0; 50,0; 60,0; 70,0; 80,0 мг биурета, добавляют с помощью бюреток по 10,0 см^3 раствора виннокислого калия-натрия и по 10,0 см^3 раствора сернокислой меди, оставляют на 10 мин при комнатной температуре. После этого объемы растворов доводят водой до метки, тщательно перемешивают и измеряют оптические плотности растворов по отношению к раствору сравнения, приготовленному таким же образом, но не содержащему биурета.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс массы биурета в растворах (в миллиграммах), а на оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей растворов.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

16 г испытуемого карбамида (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака) помещают в мерную колбу вместимостью 200 см³, растворяют в 50 см³ воды, доводят объем водой до метки и перемешивают. При необходимости раствор фильтруют через двойной складчатый фильтр средней плотности или другим подходящим способом.

Четыре мерных колбы вместимостью 100 см³ маркируют цифрами I, II, III, IV. В мерную колбу I помещают 10 см³ раствора виннокислого калия-натрия, доводят объем до метки водой и перемешивают. В мерную колбу II помещают 10 см³ раствора виннокислого калия-натрия и 10 см³ раствора сернокислой меди, доводят объем водой до метки и перемешивают. В мерную колбу III помещают с помощью колбы 50 см³ раствора испытуемой пробы и 10 см³ раствора виннокислого калия-натрия, доводят объем водой до метки и перемешивают. В мерную колбу IV помещают с помощью колбы 50 см³ раствора испытуемой пробы, 10 см³ раствора виннокислого калия-натрия, 10 см³ раствора сернокислой меди, доводят объем водой до метки и перемешивают. Мерные колбы оставляют на 10 мин при комнатной температуре, после чего измеряют оптическую плотность раствора в мерной колбе II по отношению к раствору в мерной колбе I (D_1) и оптическую плотность раствора в мерной колбе IV по отношению к раствору в мерной колбе III (D_2).

Значение оптической плотности D_1 вычитают из значения оптической плотности D_2. На основании разности оптических плотностей D_1 и D_2 по градуировочному графику находят массу биурета в испытуемом растворе.

В случае содержания биурета более 1,5% массу испытуемой пробы уменьшают до 8,00 г.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю биурета (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 200 \cdot 100}{m \cdot 50 \cdot 1000} = \frac{m_1 \cdot 4}{m \cdot 10},$$

где m_1 — масса биурета, найденная по градуировочному графику, мг;

m — масса навески карбамида, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,03%, при доверительной вероятности P=0,95.

Результат определения округляют до первого десятичного знака.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством по производству минеральных удобрений СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Е. Н. Бойцов, Э. А. Мишина, В. А. Гальперин, Н. К. Гаврилова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам № 2116 от 22.06.88

3. **Срок первой проверки** — 1999 г.

4. **Соответствует** СТ СЭВ 5894—87 в части метода определения биурета

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 1770—74	2
ГОСТ 2081—75	1
ГОСТ 4165—78	2
ГОСТ 4328—77	2
ГОСТ 5845—79	2
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 7328—82	2
ГОСТ 20292—74	2

gost.e-ecolog.ru