МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32467— 2013

КАРБАМИД (МОЧЕВИНА)

Определение содержания азота. Титриметрический метод после дистилляции

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2020

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ»)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 527 «Химия»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 5 ноября 2013 г. № 61-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 1840-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32467—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2015 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 50568.1—93[1)]

6 ВЗАМЕН ГОСТ 27749.0—88 в части раздела 3

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Май 2020 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

[1)] Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 1840-ст ГОСТ Р 50568.1—93 отменен с 1 января 2015 г.

© Стандартинформ, оформление, 2014, 2020

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Сущность метода . . . 2
4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы . . . 2
5 Отбор проб . . . 4
6 Требования к безопасности . . . 4
7 Требования к квалификации оператора . . . 4
8 Условия выполнения измерений . . . 4
9 Подготовка к выполнению измерений . . . 4
10 Выполнение измерений . . . 4
11 Обработка результатов измерений и установление их окончательных значений . . . 5
12 Требования к показателям точности измерений . . . 5
13 Оформление результатов измерений . . . 6
14 Проверка приемлемости результатов, получаемых в условиях воспроизводимости . . . 6
15 Контроль качества результатов измерений при реализации в лаборатории . . . 6
Библиография . . . 7

Поправка к ГОСТ 32467—2013 Карбамид (мочевина). Определение содержания азота. Титриметрический метод после дистилляции

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Туркмения	ТМ	Главгосслужба «Туркменстандартлары»

(ИУС № 12 2021 г.)

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

КАРБАМИД (МОЧЕВИНА)

Определение содержания азота. Титриметрический метод после дистилляции

Urea for industrial use. Determination of nitrogen content. Titrimetric method after distillation

Дата введения — 2015—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает порядок определения содержания азота в мочевине (карбамиде) титриметрическим методом после дистилляции, также известным как метод Кьельдаля, в диапазоне от 46 % до 47 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.0.004 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2081 Карбамид. Технические условия

ГОСТ 4165 Реактивы. Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4919.1 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индиикаторов

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 18300 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия[1)]

ГОСТ 24104 Весы лабораторные. Общие технические требования[2)]

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

[2)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

Издание официальное

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25794.1 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой

ГОСТ 29251 (3851—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ OIML R 111-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Гири классов E_1, E_2, F_1, F_2, M_1, M_{1-2}, M_2, M_{2-3} и M_3. Часть 1. Метрологические и технические требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Определение содержание азота в мочевине (карбамиде) выполняют титриметрическим методом после дистилляции, также известным как метод Кьельдаля.

Метод основан на каталитическом превращении азота карбамида в аммиак нагреванием в растворе серной кислоты с последующей дистилляцией и поглощением аммиака в избытке стандартного раствора серной кислоты и обратным титрованием раствором гидроокиси натрия в присутствии индикатора.

4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и другие технические средства.

4.1 Средства измерений и вспомогательное оборудование

Весы лабораторные высокого класса точности (II) с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Набор гирь класса точности F_1 по ГОСТ OIML R 111-1.

Цилиндры 1(3)—50—2, 1(3)—100—2, 1(3)—500—2 по ГОСТ 1770.

Колбы 1(2)—500—2 по ГОСТ 1770.

Бюретка 1—2—2—50—0,1 по ГОСТ 29251.

Пипетки с одной меткой 2—2—50 по ГОСТ 29169.

Капельница любого исполнения по ГОСТ 25336.

Воронка типа В-36—80 ХС по ГОСТ 25336 или полая грушевидная стеклянная пробка.

Колба Кьельдаля (колба для определения азота) 2—500—29 ТХС по ГОСТ 25336.

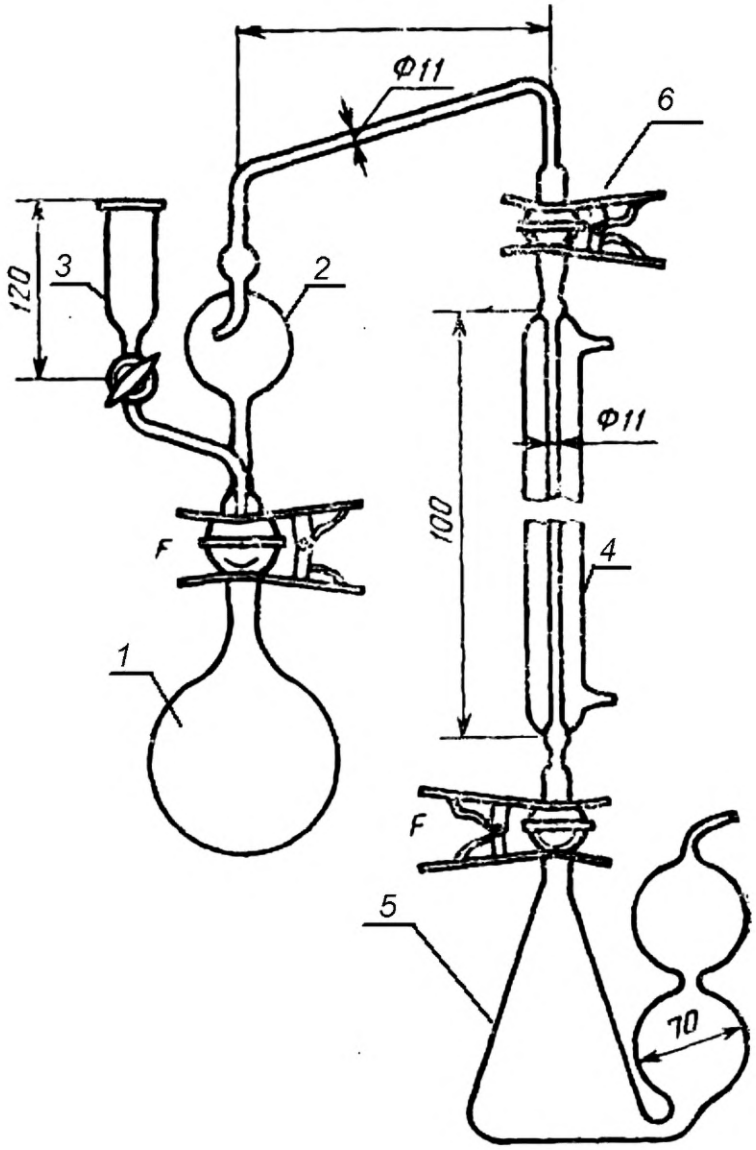
Аппарат для отгонки со стеклянными шлифами, предпочтительно сферической формы или любой аппарат, который может обеспечить количественно перегонку и поглощение. В таком аппарате имеются следующие составные части (см. рисунок 1):

- колба для дистилляции *1* вместимостью 1000 $см^3$ с внутренним шлифом или колба К-1—1000—29/32 ТХС по ГОСТ 25336;

- каплеотбойная головка *2* с внешним шлифом и параллельными входом и выходом или каплеуловитель КО-14/23—60 по ГОСТ 25336, соединенные с цилиндрической капельной воронкой *3* вместимостью 50 $см^3$;

- холодильник Либиха *4* длиной около 400 мм, имеющий внутренний шлиф на входе и внешний шлиф на выходе или холодильник ХПТ-1—400—14/23 ХС по ГОСТ 25336;

- коническая колба *5* вместимостью 500 см^3 с внутренним шлифом, снабженная двумя боковыми шарообразными расширениями;
- пружинные зажимы *6*.



1 — колба для дистилляции; *2* — каплеотбойная головка; *3* — капельная цилиндрическая воронка; *4* — холодильник; *5* — коническая колба с боковыми шарообразными расширениями; *6* — пружинные зажимы

Рисунок 1 — Аппарат для отгонки аммиака

4.2 Реактивы и материалы

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью приблизительно 1,83 г/см^3, раствор с массовой долей 95,6 %.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

Спирт этиловый ректификованный высшего сорта по ГОСТ 18300.

Индикатор метиловый красный.

Индикатор метиленовый голубой.

Индикатор бромкрезоловый зеленый.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты.

5 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 2081.

6 Требования к безопасности

При выполнении измерений соблюдают следующие требования:

- требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007;
- требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019;
- требования, изложенные в эксплуатационной документации на средства измерений и вспомогательное оборудование.

Помещение, в котором проводят работы, должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021; содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных ГОСТ 12.1.005.

Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

Работающие должны быть обучены правилам безопасности труда согласно ГОСТ 12.0.004.

7 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке их результатов могут быть допущены специалисты, имеющие высшее или среднее специальное образование или опыт работы в лаборатории.

Оператор должен быть знаком с устройством средств измерений, операциями, проводимыми при подготовке, выполнении измерений и обработке результатов.

8 Условия выполнения измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха — (20 ± 5) °С;
- относительная влажность воздуха — не более 80 % при 25 °С;
- частота переменного тока — (50 ± 0,4) Гц;
- напряжение в сети — (220 ± 22) В.

9 Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы.

9.1 Приготовление вспомогательных растворов

9.1.1 Серная кислота, раствор концентрации c ($^1/_2H_2SO_4$) = 0,5 моль/дм^3; готовят по ГОСТ 25794.1.

9.1.2 Гидроокись натрия, раствор концентрации 450 г/дм^3

Навеску гидроокиси натрия по ГОСТ 4328 массой 450 г помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, растворяют в небольшом количестве воды, доводят объем в колбе до метки и перемешивают.

9.1.3 Гидроокись натрия, раствор концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/дм^3; готовят по ГОСТ 25794.1.

9.1.4 Смешанный индикатор, спиртовой раствор: 0,1 г метилового красного растворяют приблизительно в 50 см^3 95%-ного этилового спирта и добавляют 0,05 г метиленового голубого. После растворения раствор разбавляют этиловым спиртом до 100 см^3 и перемешивают.

Допускается применять смешанный индикатор (pH перехода окраски 5,1), приготовленный по ГОСТ 4919.1 смешением спиртовых растворов бромкрезолового зеленого и метилового красного.

10 Выполнение измерений

Навеску карбамида массой (5 ± 0,0001) г помещают в колбу Кьельдаля.

Далее в колбу Кьельдаля добавляют 25 см^3 воды, 50 см^3 раствора серной кислоты с массовой долей 95,6 % и 0,75 г сернокислой меди.

Закрывают колбу Кьельдаля грушевидной пробкой и медленно нагревают до полного удаления двуокиси углерода. Нагревание продолжают до выделения белых паров и нагревают еще в течение 20 мин. Охлаждают и осторожно добавляют 300 см^3 воды, охлаждая и перемешивая содержимое колбы.

Содержимое количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3. Объем в колбе доводят до метки и перемешивают.

Пипеткой отбирают 50 см^3 полученного раствора и помещают в колбу для дистилляции *1*. Добавляют около 300 см^3 воды, несколько капель раствора смешанного индикатора и несколько стеклянных гранул для равномерного кипения.

Соединения прибора смазывают силиконовой смазкой. Каплеотбойную головку *2* соединяют с колбой *1* и холодильником *4*.

В колбу *1* помещают 40 см^3 раствора серной кислоты концентрации c ($^1/_2H_2SO_4$) = 0,5 моль/дм^3, приблизительно 80 см^3 воды и несколько капель раствора смешанного индикатора. Колбу *5* соединяют с холодильником *4*, обеспечивая герметичность аппарата при использовании сферических шлифов пружинными зажимами *6*.

В колбу *1* через капельную воронку *3* добавляют достаточное количество гидроокиси натрия концентрации 450 г/дм^3 для нейтрализации раствора и еще избыток 25 см^3, оставив несколько кубических сантиметров жидкости над краном.

Отгонку проводят до тех пор, пока объем жидкости в колбе *5* не станет равным приблизительно 250—300 см^3, после чего прекращают нагрев, открывают кран капельной воронки *3*, отсоединяют каплеотбойную головку *2* и промывают холодильник *4* водой, собирая промывные воды в колбу *5*, затем отсоединяют колбу *5*.

Раствор в колбе *5* тщательно перемешивают и оттитровывают избыток раствора серной кислоты раствором гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/дм^3 до изменения цвета индикатора.

Во время титрования раствор следует тщательно перемешивать.

Параллельно проводят холостой опыт в соответствии с установленной методикой без аналитической пробы карбамида.

11 Обработка результатов измерений и установление их окончательных значений

Обработку результатов измерений содержания азота в пробах карбамида выполняют следующим образом.

Массовую долю азота в пробе карбамида, %, вычисляют по формуле

$$X = (V_1 - V_2)0{,}007004 \cdot \frac{500}{50} \cdot \frac{100}{m} = \frac{7{,}004(V_1 - V_2)}{m}, \quad (1)$$

где V_1 — объем раствора гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/дм^3, израсходованный на титрование избытка раствора серной кислоты концентрации c ($^1/_2H_2SO_4$) = = 0,5 моль/дм^3, помещенной в колбу *Е* в контрольном опыте, см^3;

V_2 — объем раствора гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/дм^3, израсходованный на титрование избытка раствора серной кислоты концентраций c ($^1/_2H_2SO_4$) = = 0,5 моль/дм^3, помещенной в колбу *Е* в опыте с анализируемой пробой, см^3;

0,007004 — масса азота, соответствующая 1 см^3 раствора серной кислоты концентрации точно 0,5 моль/дм^3 (0,5 н.), г;

m — масса навески карбамида, г.

Если концентрации растворов серной кислоты концентрации c ($^1/_2H_2SO_4$) = 0,5 моль/дм^3 и гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/дм^3 отличаются от их точного значения, то вводят поправочные коэффициенты.

За результат измерений принимают среднеарифметическое значение $(\bar{X})$ двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать предел повторяемости, равный 0,2 %.

12 Требования к показателям точности измерений

Границы допускаемой относительной погрешности ± δ (%) измерений по данной методике — ± 5 % при P = 0,95.

13 Оформление результатов измерений

Результат измерений в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

$$\bar{X} \pm \Delta, \ \%, \text{ при } P = 0,95,$$

где $\bar{X}$ — среднеарифметическое значение двух параллельных определений содержания азота в пробе карбамида, %;

Δ — границы абсолютной погрешности, %, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Перевод значений метрологических характеристик из относительных в абсолютные осуществляют по формуле

$$\Delta = 0,01\delta\ \bar{X}. \quad (2)$$

Численное значение результата измерений должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение границ абсолютной погрешности.

Допустимо представлять результат в виде

$$\bar{X} \pm \Delta_л, \ P = 0,95,$$

при условии $\Delta_л < \Delta$,

где Δл — значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений.

Примечание — Допустимо характеристику погрешности результатов измерений при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения

$$\Delta_л = 0,84\Delta \quad (3)$$

с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений.

14 Проверка приемлемости результатов, получаемых в условиях воспроизводимости

Расхождение между результатами измерений содержания азота в идентичной пробе карбамида, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предел воспроизводимости, равный 0,3 %.

15 Контроль качества результатов измерений при реализации в лаборатории

Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности).

Контроль стабильности результатов анализа проводят в целях подтверждения лабораторией компетентности в обеспечении качества выдаваемых результатов анализа и оценки деятельности лаборатории в целом.

Форма реализации контроля стабильности результатов анализа, получаемых в лаборатории, может быть выбрана в соответствии с [1].

Библиография

[1] РМГ 76—2004 ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

УДК 661.717.5.001.4:006.354 МКС 65.080

Ключевые слова: мочевина, карбамид, химический анализ, определение содержания, азот, объемный анализ, титриметрический метод после дистилляции, метод Кьельдаля

Редактор переиздания *Н.Е. Рагузина*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.М. Поляченко*
Компьютерная верстка *Г.В. Струковой*

Сдано в набор 12.05.2020. Подписано в печать 25.06.2020. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,90.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Поправка к ГОСТ 32467—2013 Карбамид (мочевина). Определение содержания азота. Титриметрический метод после дистилляции

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Туркмения	ТМ	Главгосслужба «Туркменстандартлары»

(ИУС № 12 2021 г.)

gost.e-ecolog.ru