ГОСТ Р 50568.1—93 (ИСО 1592—77)
ГОСТ Р 50568.2—93 (ИСО 1593—77)
ГОСТ Р 50568.3—93 (ИСО/Р 1595—70)
ГОСТ Р 50568.4—93 (ИСО 2750—74)
ГОСТ Р 50568.5—93 (ИСО 2751—73)
ГОСТ Р 50568.6—93 (ИСО 2752—73)
ГОСТ Р 50568.7—93 (ИСО 2754—73)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МОЧЕВИНА (КАРБАМИД) ТЕХНИЧЕСКАЯ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Издание официальное

БЗ 2—93/194

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Институтом ГОСНИИКАРБАМИДПРОЕКТ

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 13.05.93 № 138

Настоящие стандарты оформлены на основе международных стандартов ИСО 1592—77 «Мочевина техническая. Определение содержания азота. Титриметрический метод после дистилляции», ИСО 1593—77 «Мочевина техническая. Определение щелочности. Титриметрический метод», ИСО/Р 1595—70 «Мочевина техническая. Определение содержания железа. Фотометрический метод с применением 2,2-бипиридила», ИСО 2750—74 «Мочевина техническая. Определение цвета формальдегидного раствора в единицах Хазена (платино-кобальтовая шкала)», ИСО 2751—73 «Мочевина техническая. Потенциометрический метод определения буферной емкости», ИСО 2752—73 «Мочевина техническая. Потенциометрический метод определения изменения pH в присутствии формальдегида», ИСО 2754—73 «Мочевина техническая. Фотометрический метод определения содержания биурета» с дополнительными требованиями народного хозяйства

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© Издательство стандартов, 1993

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта России

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ Р 50568.1—93	Мочевина (карбамид) техническая. Определение содержания азота. Титриметрический метод после дистилляции	4
ГОСТ Р 50568.2—93	Мочевина (карбамид) техническая. Определение щелочности. Титриметрический метод	10
ГОСТ Р 50568.3—93	Мочевина (карбамид) техническая. Определение содержания железа. Фотометрический метод с применением 2,2′-бипиридила	13
ГОСТ Р 50568.4—93	Мочевина (карбамид) техническая. Определение цвета формальдегидного раствора в единицах Хазена (платино-кобальтовая шкала)	18
ГОСТ Р 50568.5—93	Мочевина (карбамид) техническая. Потенциометрический метод определения буферной емкости	21
ГОСТ Р 50568.6—93	Мочевина (карбамид) техническая. Потенциометрический метод определения изменения pH в присутствии формальдегида	25
ГОСТ Р 50568.7—93	Мочевина (карбамид) техническая. Фотометрический метод определения содержания биурета	29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МОЧЕВИНА (КАРБАМИД) ТЕХНИЧЕСКАЯ

Определение содержания азота.

Титриметрический метод после дистилляции

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

Дата введения 1994—07—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения содержания азота в мочевине (карбамиде) после дистилляции.

Дополнительные требования, отражающие потребности народного хозяйства, выделены курсивом.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 2081—92 Карбамид. Технические условия

ГОСТ 4165—78 Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7328—82 Меры массы общего назначения и образцовые. Технические условия.

Издание официальное

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

3 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

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 ОТБОР ПРОБ

Отбор проб — по ГОСТ 2081.

5 РЕАКТИВЫ

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты.

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

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотность приблизительно 1,84 г/см³, растворы с массовой долей 96 % или концентрации c ($^1/_2H_2SO_4$) = 36 моль/дм³ (36 н) и концентрации c ($^1/_2H_2SO_4$) = = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.).

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, растворы концентрации 450 г/дм³ и концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.).

Смешанный индикатор, спиртовой раствор.

0,1 г метилового красного растворяют приблизительно в 50 см³ 95 %-ного этилового спирта и добавляют 0,05 г метиленового голубого. После растворения раствор разбавляют этиловым спиртом до 100 см³ и перемешивают.

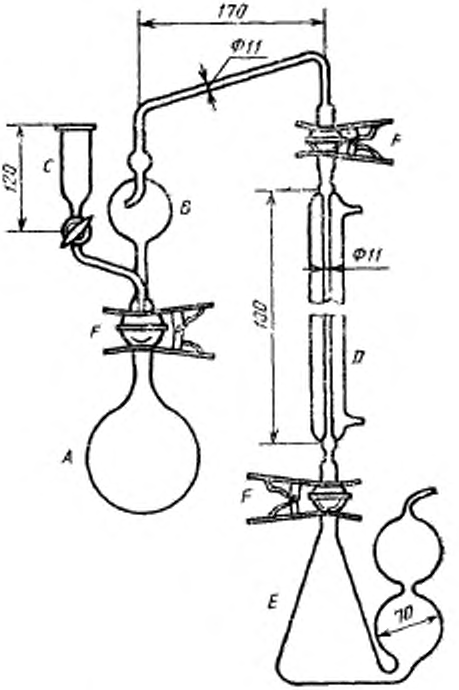
Допускается применять смешанный индикатор (pH перехода окраски 5,1), приготовленный по ГОСТ 4919.1 смешением спиртовых растворов бромкрезолового зеленого и метилового красного.

6 АППАРАТУРА

Обычное лабораторное оборудование и колба Къельдаля (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. чертеж):

Аппарат для отгонки аммиака



A — колба для дистилляции; *B* — каплеотбойная головка; *C* — капельная цилиндрическая воронка; *D* — холодильник; *E* — коническая колба с боковыми шарообразными расширениями; *F* — пружинные зажимы

колба для дистилляции (*A*) вместимостью 1000 см³ с внутренним шлифом или колба К-1—1000—29/32 ТХС по ГОСТ 25336;

каплеотбойная головка (*B*) с внешним шлифом и параллельным входом и выходом или каплеуловитель КО-14/23—60 по ГОСТ 25336, соединенные с цилиндрической капельной воронкой (*C*) вместимостью 50 см³;

холодильник Либиха (*D*) 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 (*E*) вместимостью 500 см³ с внутренним шлифом, снабженная двумя боковыми шарообразными расширениями;

пружинные зажимы (*F*).

Весы лабораторные общего назначения типа ВЛА-200.

Набор гирь Г-2—210 по ГОСТ 7328.

Бюретка вместимостью 50 см³.

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

Колба 1(2)—500—2 по ГОСТ 1770.

Пипетка вместимостью 50 см³.

Капельница любого исполнения по ГОСТ 25336.

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

7 ОПРЕДЕЛЕНИЕ

7.1 Взвешивают (5±0,001) г карбамида и переносят в колбу Къельдаля.

7.2 Контрольный опыт

Контрольный опыт проводят, применяя ту же методику и те же количества реактивов, используемые в процессе определения, но без добавления анализируемого карбамида.

7.3 Определение

В колбу Къельдаля, содержащую анализируемую пробу, добавляют 25 см³ воды, 50 см³ раствора серной кислоты с массовой долей 96 % и 0,75 г сернокислой меди.

Закрывают кольбу Къельдаля 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 см³ воды, охлаждая и перемешивая содержимое колбы.

Содержимое переливают в мерную колбу вместимостью 500 см³. Разбавляют до метки и перемешивают.

50 см³ полученного раствора помещают в колбу для дистилляции (*A*). Добавляют около 300 см³ воды, несколько капель раствора смешанного индикатора и несколько гранул против толчков при кипении.

Соединения прибора смазывают силиконовой смазкой. Каплеотбойную головку (*B*) соединяют с колбой (*A*) и холодильником (*D*).

В колбу (E) помещают 40 см³ раствора серной кислоты концентрации c ($^1/_2H_2SO_4$) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.), приблизительно 80 см³ воды и несколько капель раствора смешанного индикатора. Колбу (E) соединяют с холодильником (D), обеспечивая герметичность аппарата при использовании сферических шлифов пружинными зажимами F.

В колбу (A) через капельную воронку (C) добавляют достаточное количество гидрооокиси натрия концентрации 450 г/дм³ для нейтрализации раствора и еще избыток 25 см³, оставив несколько кубических сантиметров жидкости над краном.

Отгонку проводят до тех пор, пока объем жидкости в колбе (E) не станет равным приблизительно 250—300 см³, после чего прекращают нагрев, открывают кран капельной воронки (C), отсоединяют каплеотбойную головку B и промывают холодильник (D) водой, собирая промывные воды в колбу (E), затем отсоединяют колбу (E).

Раствор в колбе (E) тщательно перемешивают и оттитровывают избыток раствора серной кислоты раствором гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.) до изменения цвета индикатора.

Во время титрования раствор следует тщательно перемешивать.

8 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю азота N в процентах вычисляют по формуле

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

где V_1 — объем раствора гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.), израсходованный на титрование избытка раствора серной кислоты концентрации c ($^1/_2H_2SO_4$) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.), помещенной в колбу E в контрольном опыте, см³;

V_2 — объем раствора гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.), израсходованный на титрование избытка раствора серной кислоты концентрации c ($^1/_2H_2SO_4$) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.), помещенной в колбу (E) в опыте с анализируемой пробой, см³;

m — масса навески карбамида, г;

0,007004 — масса азота, соответствующая 1 см³ раствора серной кислоты концентрации точно 0,5 моль/дм³ (0,5 н.), г.

Если концентрации растворов не соответствуют указанным в перечне реактивов (раздел 5), необходимо ввести поправочные коэффициенты.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,2 % при содержании азота от 46,2 до 46,6 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±1 % при доверительной вероятности P=0,95.

УДК 661.717.5.001.4:006.354

Л 19

Ключевые слова: мочевина, химический анализ, определение содержания, азот, объемный анализ

gost.e-ecolog.ru