ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МОЧЕВИНА (КАРБАМИД) ТЕХНИЧЕСКАЯ.

Фотометрический метод определения содержания биурета

Urea for industrial use.
Photometric method for determination of biuret content

Дата введения 1994—07—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения содержания биурета ($H_2NCONHCONH_2$) в мочевине (карбамиде).

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 2768—84 Ацетон технический. 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 5845—79 Калий-натрий виннокислый 4-водный. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

Издание официальное

gost.e-ecolog.ru

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ Р 50568.6—93 Мочевина (карбамид) техническая. Потенциометрический метод определения изменения pH в присутствии формальдегида.

3 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на образовании фиолетово-красного комплексного соединения биурета и сульфата меди в присутствии щелочного раствора сегнетовой соли и последующем фотометрировании окрашенного раствора при длине волны 550 нм.

Если содержание аммонийных солей в аликвоте, взятой для анализа, превышает 15 мг в пересчете на NH_3, то проводят их отделение.

4 ОТБОР ПРОБ

Отбор проб — по ГОСТ 2081.

5 РЕАКТИВЫ

Дистиллированная вода по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты, свежекипяченая и охлажденная.

Сульфат меди (II) по ГОСТ 4165, раствор концентрации 15 г/дм³.

15 г сульфата меди (II) ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) растворяют в воде, разбавляют до 1000 см³ и перемешивают.

Сегнетова соль по ГОСТ 5845, щелочной раствор концентрации 50 г/дм³.

50,0 г сегнетовой соли ($NaKC_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$) растворяют в воде, добавляют 40 г гидрата окиси натрия, предварительно промытого для удаления верхней пленки, разбавляют до 1000 см³ и перемешивают.

Серная кислота по ГОСТ 4204, раствор концентрации приблизительно c ($^1/_2H_2SO_4$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.).

Гидрат окиси натрия по ГОСТ 4328, раствор концентрации приблизительно c (NaOH) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.).

Биурет, эталонный раствор концентрации 2,00 г/дм³.

Биурет $(NH_2CO)_2NH$ промывают раствором аммиака концентрации 100 г/дм³, а затем водой до удаления аммиака. Удаляют воду, промывая ацетоном, и высушивают продукт при температуре 105 °С.

(1±0,001) г очищенного биурета растворяют в 450 см³ воды и доводят раствор до pH 7, добавляя раствор серной кислоты или раствор гидрата окиси натрия; проверяют pH с помощью универсальной индикаторной бумаги. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см³ полученного эталонного раствора содержит 2,00 мг биурета.

Универсальная индикаторная бумага, бромтимоловый синий или индикаторная бумага для pH 6—8.

Ацетон по ГОСТ 2768.

6 АППАРАТУРА

Обычное лабораторное оборудование и

Водяная баня, отрегулированная на температуру (25±1) °С.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кюветы толщиной слоя 50 мм.

Весы лабораторные общего назначения типа ВЛР-200 и типа ВЛР-1000.

Набор гирь Г-2—210 и Г-3—1110 по ГОСТ 7328.

Колбы 1(2)—1000—2, 1(2)—500—2, 1(2)—250—2, 1(2)—100—2 по ГОСТ 1770.

Стакан В-1—250 ТХС по ГОСТ 25336.

Бюретки вместимостью 50 и 100 см³.

7 ОПРЕДЕЛЕНИЕ

7.1. Взвешивают (50±0,01) г карбамида.

7.2. Контрольный опыт

Параллельно проводят контрольный опыт по той же методике и с теми же количествами реактивов, что и при определении.

7.3. Построение градуировочного графика

7.3.1 *Приготовление растворов сравнения для фотометрических измерений*

В шесть мерных колб вместимостью 100 см³ помещают соответствующие объемы эталонного раствора биурета, указанные в таблице.

В каждую колбу добавляют количество воды, необходимое для того, чтобы довести объем до 50 см³, затем, перемешивая после каждого добавления, 20 см³ раствора сегнетовой соли и 20 см³ раствора сульфата меди. Разбавляют до метки и перемешивают. Погружают колбы в водяную баню, отрегулированную на темпера-

туру (25±1) °С, и оставляют на 20 мин, помешивая время от времени.

Таблица

Эталонный раствор биурета, см³	Масса биурета, мг
0	0
0,50	1
5,0	10
15,0	30
25,0	50
40,0	80

[1] Компенсирующий раствор

7.3.2 *Фотометрические измерения*

Не позднее чем через 30 мин проводят фотометрические измерения на спектрофотометре при длине волны 550 нм или фотоэлектроколориметре с соответствующим светофильтром, установив прибор на нулевое поглощение по компенсирующему раствору.

Строят график, откладывая по оси абсцисс количества биурета в миллиграммах, содержащиеся в 100 см³ растворов сравнения, а по оси ординат — соответствующие значения поглощения.

7.4 Проведение анализа

7.4.1 Подготовка анализируемого раствора

Пробу для анализа помещают в стакан и растворяют ее в 100 см³ воды

Доводят раствор до pH 7, добавляя раствор серной кислоты или раствор гидрата окиси натрия, проверяют pH с помощью универсальной индикаторной бумаги.

Количественно переносят раствор в мерную колбу вместимостью 250 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают.

7.4.2. Проведение реакции

Аликвоту анализируемого раствора 10 см³ при массовой доле биурета от 0,9 до 1,5 % или 20 см³ при массовой доле биурета от 0,6 до 0,9 % переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³. Затем перемешивая после каждого добавления, добавляют 20 см³ раствора сегнетовой соли и 20 см³ раствора сульфата меди. Разбавляют до метки водой и перемешивают. Колбу помещают в водяную баню, отрегулированную на температуру (25±1) °С, и выдерживают при этой температуре приблизительно 20 мин.

7.4.3. Фотометрические измерения

Фотометрические измерения проводят на анализируемом растворе и растворе контрольного опыта, следуя методике анализа, приведенной в 7.3.2, предварительно отрегулировав прибор на нулевое поглощение по отношению к воде.

Примечание — Если анализируемый раствор мутный и (или) окрашенный, то отбирают аликвоту, соответствующую аликвоте, которую использовали, и следуют той же методике анализа, опуская добавление раствора сульфата меди. Используют полученный раствор для установки прибора на нулевое поглощение при измерении анализируемого раствора. Раствор контрольного опыта фотометрируют по отношению к воде.

В другом случае, если анализируемый раствор мутный, то перед доведением pH до требуемого значения его обрабатывают, как описано ниже.

К раствору добавляют 2 см³ раствора соляной кислоты концентрации c (HCl) = 1 моль/дм³ (1 н.), энергично встряхивают и фильтруют под вакуумом через тигель из спеченного стекла (пористость 5–15 мкм). Промывают фильтр и стакан небольшим количеством воды, количественно собирают фильтраты в стакан, доводят pH до требуемого значения и разбавляют, как указано в 7.4.1.

8 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

По градуировочному графику определяют массу биурета, соответствующую результату фотометрических измерений. Массовую долю биурета в процентах вычисляют по формуле

$$\frac{(m_1 - m_2) \cdot D \cdot 100}{m_0}$$

где D — отношение объема анализируемого раствора к объему аликвоты, взятой для анализа;

m_0 — масса навески карбамида, г;

m_1 — масса биурета, найденная в аликвоте анализируемого раствора, г;

m_2 — масса биурета, найденная в соответствующей аликвоте раствора контрольного опыта, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,05 % при содержании биурета от 0,45 до 1,50 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±6,0 % при доверительной вероятности P = 0,95.

9 ОСОБЫЙ СЛУЧАЙ

Присутствие в аликвоте, взятой для анализа, аммонийных солей в количестве, превышающем 15 мг в пересчете на NH_3.

Примечание Приблизительное содержание аммонийных солей можно определить по изменению pH в присутствии формальдегида (ГОСТ Р 50568.6). Если расходуется более 90 см³ раствора гидрата окиси натрия концентрации $(NaOH) = 0{,}05$ моль/дм³ (0,05 н.), необходимо продолжать определение в соответствии с методикой, описанной в данном особом случае, при условии, что масса мочевины в аликвоте, взятой для определения содержания биурета, превышает 10 г

9.1 Сущность метода

Метод основан на удалении аммиачного азота при помощи катионита.

Определение содержания биурета в элюате проводят в соответствии с методом, изложенным выше.

9.2 Реактивы

По разделу 5.

Катионит сильный типа Дауэкс 50, Амберлит 1-Р120, КУ-2.

9.3 Аппаратура

По разделу 6.

Ионообменная колонка, снабженная краном. Высота — 320 мм, внутренний диаметр — 8 мм.

9.4 Определение

9.4.1 *Проба для анализа*

Взвешивают (20±0,01) г карбамида.

9.4.2. *Контрольный опыт*

По 7.2.

9.4.3 *Построение градуировочного графика*

По 7.3.

9.4.4 *Определение*

9.4.4.1 *Промывание смолы*

100 г смолы декантируют четырьмя порциями раствора соляной кислоты концентрации c (HCl) = 4 моль/дм³ (4 н.), каждая по 250 см³, а затем 1000 см³ воды.

9.4.4.2 *Подготовка колонки*

Помещают промытую смолу в колонку на высоту 200 мм, промывают и заливают воду так, чтобы она заполнила колонку на 5 мм выше уровня смолы.

9.4.4.3. *Подготовка анализируемого раствора*

Помещают пробу в стакан и растворяют ее в 50 см³ воды.

Пропускают раствор через колонку со скоростью приблизительно 150 см³/ч. Собирают элюат в мерную колбу вместимостью 250 см³. Промывают смолу водой до общего объема приблизитель-

но 220 см³. Доводят pH до 7 по универсальной индикаторной бумаге, добавляя раствор гидрата окиси натрия. Разбавляют до метки и перемешивают.

Далее анализ проводят по 7.4.

Обработку результатов проводят по разделу 8.

УДК 661.717.5.001.4:006.354 Л19

Ключевые слова: мочевина, определение содержания, биурет, фотометрия

Редактор *Т. П. Шашина*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *Н. Д. Чехотина*

Сдано в набор 15.06.93. Подп. в печ. 16.08.93. Усл. печ. л. 2,10. Усл. кр.-отт. 2,10. Уч.-изд. л. 1,78. Тир. 426 экз. С 479.

Ор... ...тельство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1325

gost.e-ecolog.ru