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
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0–92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН 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 разработан на основе применения ГОСТ Р 50568.1—93

6 ВЗАМЕН ГОСТ 27749.0—88 в части раздела 3

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомления и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2014

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

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—90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019—79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты[1)]

ГОСТ 12.4.009—83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ OIML R 111-1—2009 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

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2081—2010 Карбамид. Технические условия

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

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

[1)] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009 «Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты».

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования[1)]

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

ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой

ГОСТ 29251—91 (3851—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замещающим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт 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.

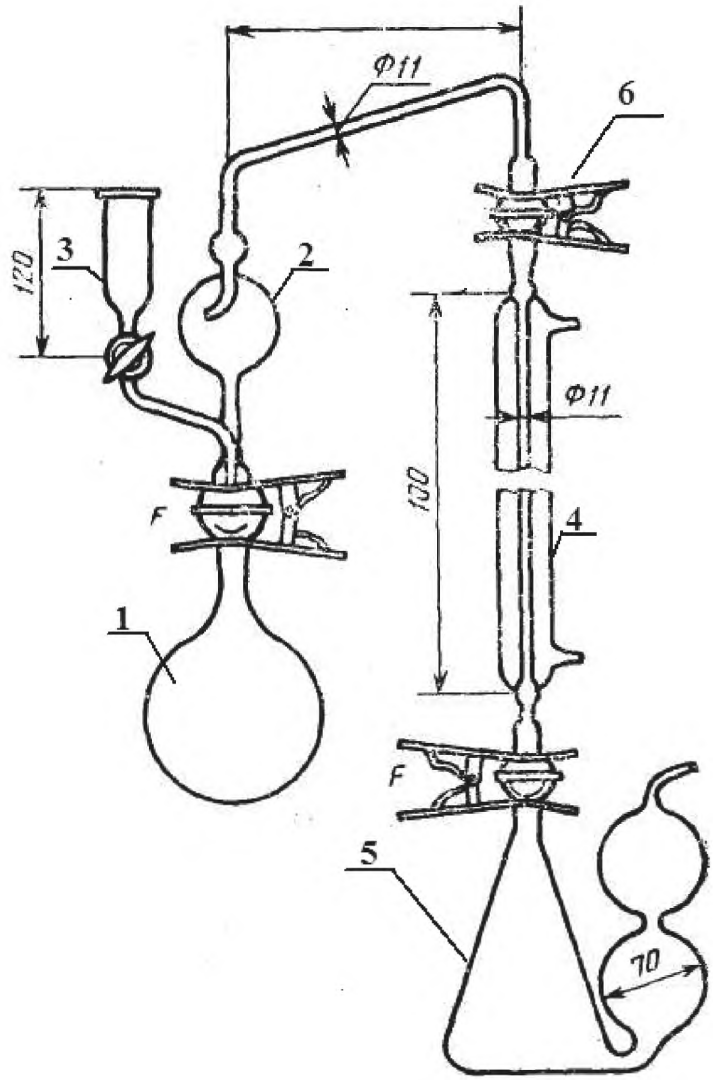
Капельница любого исполнения по ГОСТ 25336.

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

Колба 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. рисунок 1):

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



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

- 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.*

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 Къельдаля.

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

Закрывают колбу 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 $см^3$ 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 *4* 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 E 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 E 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 (1/2 H_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 ($\overline{X}$) 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:

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

где $\overline{X}$ – 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

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

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

Допустимо представлять результат в виде:

$$\overline{X} \pm \Delta_л \ P{=}0{,}95, \text{ при условии } \Delta_л < \Delta,$$

где $\Delta_л$ – 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 Л19

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

Подписано в печать 01.04.2014. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 31 экз. Зак. 1765.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru