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

## Предисловие

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/см$^3$, растворы с массовой долей 96 % или концентрации $c$ ($^1/_2H_2SO_4$) = 36 моль/дм$^3$ (36 н) и концентрации $c$ ($^1/_2H_2SO_4$) = = 0,5 моль/дм$^3$ (0,5 н.).

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, растворы концентрации 450 г/дм$^3$ и концентрации $c$ (NaOH) = 0,5 моль/дм$^3$ (0,5 н.).

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.

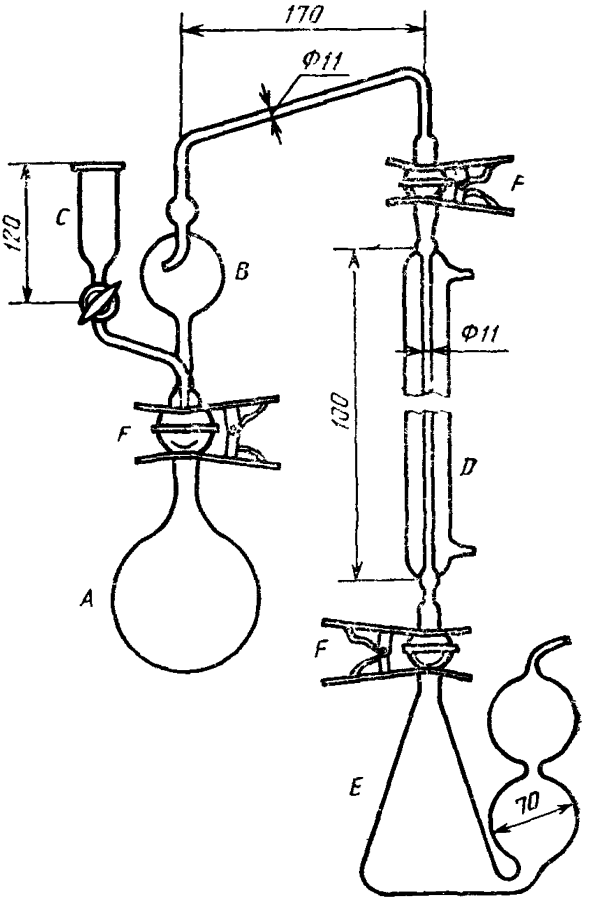
*Допускается применять смешанный индикатор (pH перехода окраски 5,1), приготовленный по ГОСТ 4919.1 смешением спиртовых растворов бромкрезолового зеленого и метилового красного.*

## 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 см$^3$ 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 см$^3$;

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 гидроокиси 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