ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

КАРБАМИД

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

ГОСТ 27749.0-88 — ГОСТ 27749.3-88
(СТ СЭВ 5894—87)

Издание официальное

Б3 2—88/185

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.717.5:006.354:546.17.06 Группа Л19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КАРБАМИД

Методы определения азота

Carbamid. Method of nitrogen content determination

ГОСТ 27749.0—88

(СТ СЭВ 5894—87)

ОКСТУ 2109

Срок действия с 01.07.90
до 01.07.2000

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает следующие методы определения общего азота в карбамиде:

без отгонки аммиака (формальдегидный метод);

дистилляционный метод с восстановлением нитратного азота хромом и минерализацией органического азота (метод применяется при возникновении разногласий в результатах оценки формальдегидным методом).

1. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб — по ГОСТ 2081—75.

2. ФОРМАЛЬДЕГИДНЫЙ МЕТОД

Метод заключается в разложении карбамида серной кислотой до сульфата аммония, нейтрализации избытка серной кислоты, добавлении формалина и титровании раствором гидроокиси натрия выделившейся во время реакции серной кислоты в количестве, эквивалентном количеству азота.

2.1. Аппаратура, реактивы

Допускается применение импортной аппаратуры по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

Цилиндры 1(3)—50 по ГОСТ 1770—74.

Пипетки 2—2—5 по ГОСТ 20292—74.

Бюретка 3—2—50 по ГОСТ 20292—74.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1988

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Набор гирь Г-2-210 по ГОСТ 7328—82.

Шкаф сушильный электрический с диапазоном регулирования температуры от 40 до 200°С.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 концентрированная и раствор концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 0,5 моль/дм^3.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.1—83 и раствор концентрации c (NaOH) = 5 моль/дм^3.

Формалин технический по ГОСТ 1625—75, раствор с массовой долей 30%, перед употреблением нейтрализованный по фенолфталеину до слабо-розовой окраски.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовый раствор с массовой долей 1%; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Индикатор кислотно-основной смешанный (pH 5,4); готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Карбамид, свободный от биурета, по ГОСТ 6691—77, ч.д.а., сушат при температуре 100—105°С в течение 1 ч.

2.2. Определение коэффициента поправки раствора гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм^3.

Для установления коэффициента поправки раствора гидроокиси натрия проводят испытания в соответствии с п. 2.3, применяя карбамид, приготовленный по п. 2.1.

Коэффициент поправки (K) вычисляют по формуле

$$K = \frac{46{,}65 \cdot m \cdot 1000}{V \cdot 14{,}0067 \cdot 100} = \frac{46{,}65 \cdot m \cdot 10}{V \cdot 14{,}0067}, \qquad (1)$$

где m — масса карбамида, г;

V — объем раствора гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3.

2.3. Проведение испытания

1 г испытуемой пробы (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака) помещают в коническую колбу из термостойкого стекла вместимостью 250 см^3 и растворяют в 20 см^3 воды. Прибавляют пипеткой 5 см^3 концентрированной серной кислоты, закрывают колбу стеклянной воронкой или полой грушевидной стеклянной пробкой, осторожно нагревают на электроплитке до кипения и кипятят до полного прекращения выделения углекислого газа и до появления белых дымов серной кислоты. Затем содержимое колбы охлаждают, обмывают водой пробку, собирая промывные воды в колбу, добавляют 50 см^3 воды, 5 капель смешанного индикатора и нейтрализуют избыток кислоты раствором гидроокиси натрия концент-

рации c (NaOH)=5 моль/дм³, избегая его избытка. Далее нейтрализуют раствором гидроокиси натрия концентрации c (NaOH)= =1 моль/дм³ до перехода окраски раствора в серую.

К нейтрализованному раствору прибавляют 20 см³ раствора формалина, перемешивают и дают раствору постоять в течение 2 мин. Затем добавляют 5 капель раствора фенолфталеина и титруют выделившуюся кислоту раствором гидроокиси натрия концентрации c (NaOH)=1 моль/дм³ до перехода окраски раствора в красную, не исчезающую в течение 1—1,5 мин.

2.4. Обработка результатов

Массовую долю азота (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X=\frac{V_1\cdot K\cdot 14{,}0067\cdot 100\cdot 100}{1000\cdot m_1\cdot(100-X_{H_2O})}=\frac{V_1\cdot K\cdot 14{,}0067\cdot 10}{m_1\cdot(100-X_{H_2O})}, \qquad (2)$$

где V_1 — объем раствора гидроокиси натрия концентрации c (NaOH)=1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

K — коэффициент поправки раствора гидроокиси натрия концентрации c (NaOH)=1 моль/дм³;

m_1 — масса испытуемой пробы карбамида, г;

X_{H_2O} — массовая доля воды в карбамиде, %;

14,0067 — атомная масса азота, г/моль.

За результат определения принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,2% при доверительной вероятности P=0,95.

Результат определения округляют до первого десятичного знака.

3. ДИСТИЛЛЯЦИОННЫЙ МЕТОД

Определение проводят по ГОСТ 20851.1—75 (метод 9) со следующими уточнениями:

допускается применение импортной аппаратуры по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных;

масса испытуемой пробы должна быть 0,2 г;

концентрация серной кислоты c ($^1/_2$ H_2SO_4)=0,2 моль/дм³;

объем серной кислоты 50 см³;

результат испытания пересчитывают на сухое вещество;

допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,2%;

результат определения округляют до первого десятичного знака.

При разногласиях в оценке определения азота используют дистилляционный метод.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством по производству минеральных удобрений СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Е. Н. Бойцов, Э. А. Мишина, В. А. Гальперин, Н. К. Гаврилова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22.06.88 № 2115

3. **Срок первой проверки — 1999 г.**

4. **Соответствует** СТ СЭВ 5894—87 в части метода определения азота

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта раздела
ГОСТ 1625—75	2.1
ГОСТ 1770—74	2.1
ГОСТ 2081—75	1
ГОСТ 4204—77	2.1
ГОСТ 4328—77	2.1
ГОСТ 4919.1—77	2.1
ГОСТ 6709—72	2.1
ГОСТ 6995—77	2.1
ГОСТ 7328—82	2.1
ГОСТ 20292—74	2.1
ГОСТ 20851.1—75	3
ГОСТ 25794.1—83	2.1

gost.e-ecolog.ru