

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—98/194

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Институтом ГОСНИИКАРБА-МИДПРОЕКТ

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

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) сернистая 5-водная по ГОСТ 4165.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотность приблизительно $1,84 \text{ г/см}^3$, растворы с массовой долей 96 % или концентрации $c (\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 36 \text{ моль/дм}^3$ (36 н) и концентрации $c (\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,5 \text{ моль/дм}^3$ (0,5 н.).

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

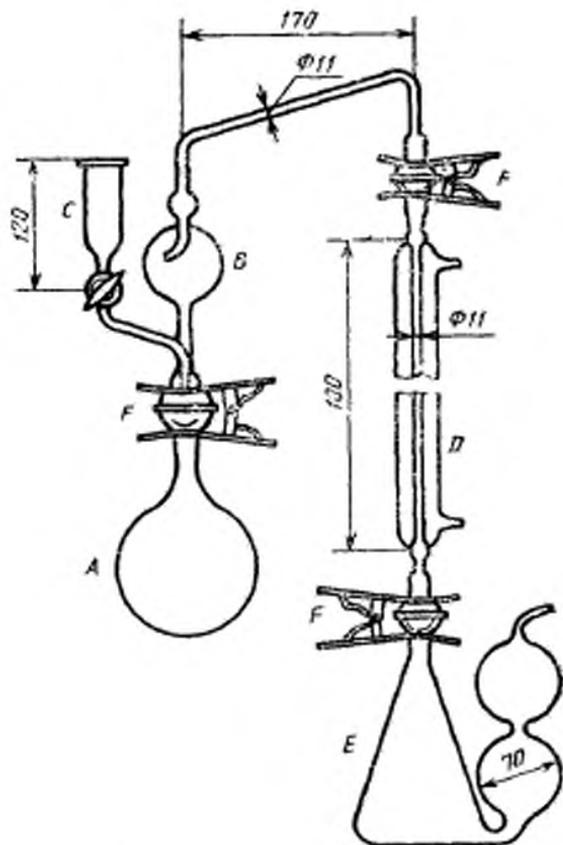
Допускается применять смешанный индикатор (рН перехода окраски 5,1), приготовленный по ГОСТ 4919.1 смещением спиртовых растворов бромкрезолового зеленого и метилового красного.

6 АППАРАТУРА

Обычное лабораторное оборудование и колба Кьельдаля (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 ($5 \pm 0,001$) г карбамида и переносят в колбу Кьельдаля.

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

Закрывают колбу Кьельдаля грушевидной пробкой и медленно нагревают до полного удаления двуокси 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 ($1/2\text{H}_2\text{SO}_4$) = 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 ($1/2\text{H}_2\text{SO}_4$) = 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 ($1/2\text{H}_2\text{SO}_4$) = 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: мочевины, химический анализ, определение содержания, азот, объемный анализ
