



27749.0-88  
27749.1-88  
27749.2-88  
27749.3-88

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ  
СОЮЗА ССР

## КАРБАМИД

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИИ

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

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ  
Москва

**КАРБАМИД****ГОСТ**

Методы определения азота

27749.0—88

Carbamid. Method of nitrogen  
content determination

(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 гидроксида 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.

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°C.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 концентрированная и раствор концентрации  $c$  ( $1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4$ ) = 0,5 моль/дм<sup>3</sup>.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации  $c$  (NaOH) = 1 моль/дм<sup>3</sup> готовят по ГОСТ 25794.1—83 и раствор концентрации  $c$  (NaOH) = 5 моль/дм<sup>3</sup>.

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

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

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

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

2.2. Определение коэффициента поправки раствора гидроксида натрия концентрации  $c$  (NaOH) = 1 моль/дм<sup>3</sup>.

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

Коэффициент поправки ( $K$ ) вычисляют по формуле

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

где  $m$  — масса карбамида, г;

$V$  — объем раствора гидроксида натрия концентрации  $c$  (NaOH) = 1 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

### 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<sup>3</sup> и растворяют в 20 см<sup>3</sup> воды. Прибавляют пипеткой 5 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты, закрывают колбу стеклянной воронкой или полый 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<sup>3</sup> воды, 5 капель смешанного индикатора и нейтрализуют избыток кислоты раствором гидроксида натрия концент-

рации  $c$  (NaOH) = 5 моль/дм<sup>3</sup>, избегая его избытка. Далее нейтрализуют раствором гидроксида натрия концентрации  $c$  (NaOH) = 1 моль/дм<sup>3</sup> до перехода окраски раствора в серую.

К нейтрализованному раствору прибавляют 20 см<sup>3</sup> раствора формалина, перемешивают и дают раствору постоять в течение 2 мин. Затем добавляют 5 капель раствора фенолфталеина и титруют выделившуюся кислоту раствором гидроксида натрия концентрации  $c$  (NaOH) = 1 моль/дм<sup>3</sup> 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

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

где  $V_1$  — объем раствора гидроксида натрия концентрации  $c$  (NaOH) = 1 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$K$  — коэффициент поправки раствора гидроксида натрия концентрации  $c$  (NaOH) = 1 моль/дм<sup>3</sup>;

$m_1$  — 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<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) = 0,2 моль/дм<sup>3</sup>;

объем серной кислоты 50 см<sup>3</sup>;

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