ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МОЧЕВИНА (КАРБАМИД) ТЕХНИЧЕСКАЯ

Потенциометрический метод определения буферной емкости

Urea for industrial use.
Potentiometric method of buffer capacity determination

Дата введения 1994—07—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает потенциометрический метод определения буферной емкости раствора мочевины (карбамида) условной концентрации.

Дополнительные требования, отражающие потребности народного хозяйства, выделены курсивом.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.135—74 ГСИ. pH-метрия. Стандарт-титры для приготовления образцовых буферных растворов 2-го разряда.

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 2081—92 Карбамид. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4199—76 Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

Издание официальное

gost.e-ecolog.ru

3 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на измерении количества раствора кислоты концентрации 0,05 моль/дм³ (0,05 н.), необходимого для изменения значения pH раствора, содержащего 100 г карбамида в 1000 см³ раствора, с 8 до 6 при температуре (20±0,5) °С.

4 ОТБОР ПРОБ

Отбор проб — по ГОСТ 2081.

5 РЕАКТИВЫ

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты, свежекипяченая и охлажденная до комнатной температуры.

Соляная кислота по ГОСТ 3118 раствор концентрации $c(HCl)=0{,}05$ моль/дм³ (0,05 н.).

Гидрат окиси натрия по ГОСТ 4328 раствор концентрации $c(NaOH)=0{,}05$ моль/дм³ (0,05 н.).

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199 раствор концентрации 0,01 моль/дм³ (буферный раствор).

(3,81±0,01) г декагидрата тетрабората натрия ($Na_2B_4O_7\times\times10H_2O$) растворяют в воде. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют до метки и перемешивают. Полученный раствор предохраняют от атмосферной двуокиси углерода и заменяют не реже чем раз в месяц.

pH полученного буферного раствора при температуре 20 °С равен 9,22.

Буферный раствор однозамещенного фталата калия и гидрата окиси натрия. Растворяют (10,21±0,01) г однозамещенного фталата калия ($COOH—C_6H_4—COOK$) в 500 см³ воды и добавляют при постоянном перемешивании 70,90 см³ раствора гидрата окиси натрия концентрации $c(NaOH)=0{,}5$ моль/дм³ (0,5 н.).

Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют до метки и перемешивают. Полученный раствор предохраняют от атмосферной двуокиси углерода и заменяют не реже чем раз в месяц.

pH полученного буферного раствора при температуре 20 °С равен 5,40.

Для приготовления буферных растворов допускается применение стандарт-титра по ГОСТ 8.135 с pH 9,18.

Азот, не содержащий двуокиси углерода.

6 АППАРАТУРА

Обычное лабораторное оборудование и pH-метр со стеклянным и каломельным электродами чувствительностью 0,05 единиц pH.

Допускается применение универсального иономера с погрешностью измерения ±0,05 единиц pH, электродов типа ЭВЛ-1М3, ЭСЛ-63—07 или ЭСЛ-43—07.

Бюретка вместимостью 25 см³.

Колбы мерные 1(2)—1000—2, 1(2)—500—2 по ГОСТ 1770.

Стакан Н-1(2) —600 ТХС по ГОСТ 25336.

7 ОПРЕДЕЛЕНИЕ

7.1 Взвешивают (50±0,05) г карбамида.

7.2 Пробу помещают в стакан, добавляют приблизительно 300 см³ воды и перемешивают до полного растворения пробы. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, разбавляют до метки и перемешивают.

7.3 Калибруют pH-метр при температуре (20±0,5) °С с помощью буферных растворов.

7.4. Раствор карбамида переносят в сухой стакан. Опускают оба электрода pH-метра и измеряют pH при температуре (20±±5) °С, пропуская слабый поток азота через раствор и поддерживая этот поток во время всего испытания.

Если величина pH равна или больше 8,5, добавляют с помощью бюретки порциями по 0,25 см³ титрованный раствор соляной кислоты до тех пор, пока pH не будет 5,5. При этом каждый раз записывают значение pH после перемешивания раствора в течение 5—10 с.

Если значение pH меньше 8,5, добавляют с помощью бюретки порциями по 0,25 см³ титрованный раствор гидрата окиси натрия, при этом каждый раз записывают значение pH после перемешивания раствора в течение 5—10 с до тех пор, пока pH не будет равняться 8,5. Затем добавляют из бюретки такое же количество титрованного раствора соляной кислоты для того, чтобы получить первоначальное значение pH, продолжая проводить испытание, как указано выше, пока pH не будет равняться приблизительно 5,5.

7.5 Построение градуировочного графика

График строят на миллиметровой бумаге, откладывая по оси ординат значение pH (10 мм=0,1 единицы pH), а по оси абсцисс—соответствующее количество титрованного раствора соляной кислоты в кубических сантиметрах (10 мм=0,5 см³).

8 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

По градуировочному графику определяют количество титрованного раствора соляной кислоты в кубических сантиметрах, необходимое для изменения значения pH с 8 на 6. Это количество представляет собой буферную емкость раствора.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,1 см³ для буферной емкости от 0,5 до 0,8 см³.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±10 % при доверительной вероятности P=0,95.

УДК 661.717.5.001.4:006.354 Л19

Ключевые слова: мочевина, химический анализ, буферные растворы, потенциометрический анализ

---

gost.e-ecolog.ru