МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32472— 2013

КАРБАМИД (МОЧЕВИНА)

Потенциометрический метод определения изменения pH в присутствии формальдегида

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2020

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ»)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 527 «Химия»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 5 ноября 2013 г. № 61-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 1844-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32472—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской федерации с 1 января 2015 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 50568.6—93[1)]

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Май 2020 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

[1)] Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 1844-ст ГОСТ Р 50568.6—93 отменен с 1 января 2015 г.

© Стандартинформ, оформление, 2014, 2020

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАРБАМИД (МОЧЕВИНА)

Потенциометрический метод определения изменения pH в присутствии формальдегида

Urea for industrial use. Potentiometric method for determination of pH variation in presence of formaldehyde

Дата введения — 2015—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает порядок определения изменения pH раствора карбамида в присутствии формальдегида при добавлении раствора гидроокиси натрия концентрации $c(NaOH)$ = = 0,05 моль/дм^3 в диапазоне от 1,30 до 3,50 см^3 потенциометрическим методом.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.135 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандарт-титры для приготовления буферных растворов — рабочих эталонов pH 2-го и 3-го разрядов. Технические и метрологические характеристики. Методы их определения

ГОСТ 12.0.004 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 1625—89 Формалин технический. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2081 Карбамид. Технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4199 Реактивы. Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6995 Реактивы. Метанол-яд. Технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования[1)]

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

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

Издание официальное

ГОСТ 25794.1 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 32471 Карбамид (мочевина). Потенциометрический метод определения буферной емкости

ГОСТ OIML R 111-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Гири классов E_1, E_2, F_1, F_2, M_1, M_{1-2}, M_2, M_{2-3} и M_3. Часть 1. Метрологические и технические требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.easc.by) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Определение изменения pH раствора мочевины (карбамида) в присутствии формальдегида выполняют потенциометрическим методом.

Метод основан на определении объема раствора гидроокиси натрия концентрации $c(NaOH) = 0{,}05$ моль/дм^3 при температуре (20 ± 0,5) °С, необходимого для доведения pH раствора, содержащего 50 г карбамида в 100 см^3 воды до значения, равного 8,3 после добавления формальдегида.

4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и другие технические средства.

4.1 Средства измерений и вспомогательное оборудование

pH-метр любого типа с комплектом электродов, позволяющий проводить измерения pH растворов с дискретностью 0,01 pH и погрешностью измерения не более ± 0,05 pH.

Весы лабораторные высокого класса точности (II) с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Весы лабораторные среднего класса точности (III) с наибольшим пределом взвешивания 1 кг по ГОСТ 24104.

Набор гирь класса точности F_1 и F_2 по ГОСТ OIML R 111-1.

Термометр лабораторный диапазоном измерений от 0 °С до 55 °С с ценой деления 0,1 °С по ГОСТ 28498.

Бюретка 1—2—2—25—0,1 по ГОСТ 29251.

Колба мерная 1(2)—1000—2 по ГОСТ 1770.

Стаканы Н-1 (2)—400 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные 1(2)—2—2—10 по ГОСТ 29227.

Стандарт-титры для приготовления буферных растворов по ГОСТ 8.135.

Таймер или секундомер.

4.2 Реактивы и материалы

Соляная кислота по ГОСТ 3118.

Гидроокись натрия по ГОСТ 4328.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199.

Формальдегид по ГОСТ 1625.

Метанол-яд по ГОСТ 6995.

Фталат калия однозамещенный.

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

5 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 2081.

6 Требования к безопасности

При выполнении измерений соблюдают следующие требования:

- требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007;
- требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019;
- требования, изложенные в эксплуатационной документации на средства измерений и вспомогательное оборудование.

Помещение, в котором проводят работы, должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных ГОСТ 12.1.005.

Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

Работающие должны быть обучены правилам безопасности труда согласно ГОСТ 12.0.004.

7 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке их результатов могут быть допущены специалисты, имеющие высшее или среднее специальное образование или опыт работы в лаборатории.

Оператор должен быть знаком с устройством средств измерений, операциями, проводимыми при подготовке, выполнении измерений и обработке результатов.

8 Условия выполнения измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха — (20 ± 0,5) °С;
- относительная влажность воздуха — не более 80 % при 25 °С;
- частота переменного тока — (50 ± 0,4) Гц;
- напряжение в сети (220 ± 22) В.

9 Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы.

9.1 Приготовление титрованных и вспомогательных растворов

9.1.1 Соляная кислота, раствор концентрации $c(HCl)$ = 0,01 моль/дм^3; готовят по ГОСТ 25794.1. Допускается готовить раствор из соответствующего стандарт-титра (фиксанала) в соответствии с инструкцией по приготовлению.

9.1.2 Гидроокись натрия, раствор концентрации $c(NaOH)$ = 0,01 моль/дм^3; готовят по ГОСТ 25794.1. Допускается готовить раствор из соответствующего стандарт-титра (фиксанала) в соответствии с инструкцией по приготовлению.

9.1.3 Гидроокись натрия, раствор концентрации $c(NaOH)$ = 0,05 моль/дм^3; готовят в соответствии с ГОСТ 25794.1.

9.1.4 Гидроокись натрия, раствор концентрации $c(NaOH)$ = 0,5 моль/дм^3; готовят в соответствии с ГОСТ 25794.1.

9.1.5 Натрий тетраборнокислый 10-водный, раствор концентрации 0,01 моль/дм^3 (буферный раствор): (3,81 ± 0,01) г декагидрата тетрабората натрия ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$) растворяют в воде. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, объем в колбе доводят до метки и перемешивают.

Полученный раствор предохраняют от атмосферной двуокиси углерода и заменяют свежим не реже чем раз в месяц.

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

9.1.6 Буферный раствор однозамещенного фталата калия и гидроокиси натрия: (10,21 ± 0,01) г однозамещенного фталата калия (COOH — C_6H_4 — COOK) растворяют в 500 см^3 воды и добавляют при постоянном перемешивании 70,90 см^3 раствора гидроокиси натрия концентрации c(NaOH) = = 0,5 моль/дм^3. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, объем в колбе доводят до метки и перемешивают.

Полученный раствор предохраняют от атмосферной двуокиси углерода и заменяют свежим не реже чем раз в месяц.

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

9.1.7 Формальдегид, раствор концентрации от 350 до 370 г/дм^3, стабилизированный приблизительно 10%-ным (по объему) метиловым спиртом.

9.2 Градуировка pH-метра

Проводят градуировку pH-метра при температуре (20 ± 0,5) °С в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора с применением буферных растворов, приготовленных по 9.1.5 и 9.1.6. Взамен буферного раствора, приготовленного по 9.1.5, допускается использовать буферный раствор, приготовленный из стандарт-титра по ГОСТ 8.135 с pH, равный 9,18.

10 Выполнение измерений

Навеску карбамида массой (50 ± 0,05) г помещают в стакан вместимостью 400 см^3, куда предварительно наливают 100 см^3 воды. Содержимое стакана слегка подогревают (до температуры не выше 30 °С) до полного растворения пробы, а затем охлаждают до (20 ± 0,5) °С.

Помещают оба электрода pH-метра в раствор пробы и доводят pH до значения, равного 8,3, добавляя соответственно раствор соляной кислоты c(HCl) = 0,01 моль/дм^3 или раствор гидроокиси концентрации c(NaOH) = 0,01 моль/дм^3.

В другой стакан наливают 100 см^3 воды и 10 см^3 раствора формальдегида по 9.1.7, доводят температуру раствора до (20 ± 0,5) °С, опускают два электрода pH-метра и доводят pH до значения 8,3, добавляя соответственно раствор соляной кислоты c(HCl) = 0,01 моль/дм^3 или раствор гидроокиси концентрации c(NaOH) = 0,01 моль/дм^3.

Смешивают полученный раствор с раствором пробы, накрывают стакан и выдерживают в течение 5 мин при температуре (20 ± 0,5) °С. С помощью бюретки добавляют раствор гидроокиси натрия концентрации c(NaOH) = 0,05 моль/дм^3 (0,05 н.) по каплям, в остальное время стараясь держать стакан закрытым. Постоянно перемешивают раствор и определяют значения pH через 10—15 с после каждого добавления раствора гидроокиси натрия. Продолжают добавлять раствор гидроокиси натрия до момента достижения pH значения 8,3.

11 Обработка результатов измерений и установление их окончательных значений

Обработку результатов определения изменения pH в присутствии формальдегида растворов проб карбамида выполняют следующим образом.

Результат параллельного определения — изменение pH в присутствии формальдегида раствора пробы карбамида X, см^3, раствора гидроокиси натрия концентрации c(NaOH) = 0,05 моль/дм^3, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V}{5}, \qquad (1)$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия, использованный для доведения pH до значения 8,3, см^3.

Полученный результат выражают в кубических сантиметрах раствора гидроокиси натрия концентрации c(NaOH) = 0,05 моль/дм^3 для того, чтобы провести сравнение с результатом, полученным при определении буферной емкости по ГОСТ 5—2013.

За результат измерений принимают среднеарифметическое значение $(\overline{X})$ двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать предел повторяемости, равный 0,06 см^3 раствора гидроокиси натрия концентрации c(NaOH) = 0,05 моль/дм^3.

12 Требования к показателям точности измерений

Границы допускаемой относительной погрешности ± δ (%) измерений по данной методике — ± 5 % при P = 0,95.

13 Оформление результатов измерений

Результат измерений в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

$$\overline{X} \pm \Delta, \text{ см}^3, \text{ при } P = 0,95,$$

где $\overline{X}$ — среднеарифметическое значение двух параллельных определений изменения pH в присутствии формальдегида раствора пробы карбамида, см^3 раствора гидроокиси натрия концентрации c(NaOH) = 0,05 моль/дм^3;

Δ — границы абсолютной погрешности, см^3 раствора гидроокиси натрия концентрации c(NaOH) = 0,05 моль/дм^3 (0,05 н.), при доверительной вероятности P = 0,95.

Перевод значений метрологических характеристик из относительных в абсолютные осуществляют по формуле

$$\Delta = 0,01 \delta \overline{X}. \quad (2)$$

Численное значение результата измерений должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение границ абсолютной погрешности.

Допустимо представлять результат в виде

$$\overline{X} \pm \Delta_л, \ P = 0,95,$$

при условии $\Delta_л < \Delta$,

где $\Delta_л$ — значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений.

Примечание — Допустимо характеристику погрешности результатов измерений при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения

$$\Delta_л = 0,84\Delta, \quad (3)$$

с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений.

14 Проверка приемлемости результатов, получаемых в условиях воспроизводимости

Расхождение между результатами измерений определения pH в присутствии формальдегида раствора идентичной пробы карбамида, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предел воспроизводимости, равный 0,08 см^3 раствора гидроокиси натрия концентрации c(NaOH) = = 0,05 моль/дм^3 (0,05 н.).

15 Контроль качества результатов измерений при реализации в лаборатории

Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности).

Контроль стабильности результатов анализа проводят в целях подтверждения лабораторией компетентности в обеспечении качества выдаваемых результатов анализа и оценки деятельности лаборатории в целом.

Форма реализации контроля стабильности результатов анализа, получаемых в лаборатории, может быть выбрана в соответствии с [1].

Библиография

[1] РМГ 76—2004 ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

УДК 661.717.5.001.4:006.354 МКС 65.080

Ключевые слова: мочевина, карбамид, химический анализ, pH, изменение, измерение, формальдегид, потенциометрический метод

Редактор переиздания *Н.Е. Рагузина*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.И. Рычкова*
Компьютерная верстка *Г.В. Струковой*

Сдано в набор 12.05.2020. Подписано в печать 25.06.2020. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,60.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru stinfo.ru

gost.e-ecolog.ru