МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32470— 2013

КАРБАМИД (МОЧЕВИНА)

Определение щелочности. Титриметрический метод

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 14 ноября 2013 г. № 44-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. № 1817-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32470—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2015 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 50568.2—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. № 1817-ст ГОСТ Р 50568.2—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)

Определение щелочности. Титриметрический метод

Urea for industrial use. Determination of alkalinity. Titrimetric method

Дата введения — 2015—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает порядок определения щелочности карбамида (мочевины) титриметрическим методом в диапазоне от 0,01 % до 0,03 % при пересчете на аммиак.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

ГОСТ 2081 Карбамид. Технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4919.1 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 18300 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия[1)]

ГОСТ 24104 Весы лабораторные. Общие технические требования. Технические условия[2)]

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

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

[2)] 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 29251 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

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 щелочности мочевины (карбамида) в пересчете на аммиак выполняют титриметрическим методом.

Метод основан на нейтрализации раствора анализируемого образца карбамида раствором соляной кислоты в присутствии индикатора. Точку эквивалентности определяют по изменению окраски индикатора.

4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

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

4.1 Средства измерений и вспомогательное оборудование

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.

Цилиндр 1(3)—500—2 по ГОСТ 1770.

Колбы 1(2)—1000—2, 1(2)—100—2 по ГОСТ 1770.

Бюретка 1—2—2—25—0,1 по ГОСТ 29251.

Колба Кн-1—500—29/32 по ГОСТ 25336.

Капельница любого типа по ГОСТ 25336.

Шпатель 2(3) по ГОСТ 9147 или ложка 2(3) по ГОСТ 9147.

4.2 Реактивы и материалы

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Спирт этиловый ректификованный высшего сорта по ГОСТ 18300.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты, нейтральная по отношению к смешанному индикатору.

Индикатор метиловый красный.

Индикатор метиленовый голубой.

Индикатор бромкрезоловый зеленый.

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 нормы, установленные ГОСТ 12.1.005.

Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.04 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 ± 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 приблизительно c (HCl) = 0,1 моль/дм^3; готовят по ГОСТ 25794.1.

9.1.2 Смешанный индикатор, раствор в этиловом спирте: навеску метилового красного массой 0,1 г помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, растворяют приблизительно в 50 см^3 95%-ного этилового спирта и добавляют 0,05 г метиленового голубого. После растворения объем в колбе доводят до метки этиловым спиртом и перемешивают.

Допускается применять смесь индикаторов, приготовленную по ГОСТ 4919.1 смешиванием спиртовых растворов бромкрезолового зеленого и метилового красного (pH перехода окраски 5,1).

10 Выполнение измерений

Навеску карбамида массой (100 ± 0,1) г помещают в коническую колбу вместимостью 500 см^3, растворяют приблизительно в 350 см^3 воды, добавляют несколько капель смешанного индикатора и титруют раствором соляной кислоты до изменения окраски индикатора.

11 Обработка результатов измерений и установление их окончательных значений

Обработку результатов определения щелочности мочевины (карбамида) выполняют следующим образом.

Результат параллельного определения — щелочность в пересчете на аммиак (NH_3) пробы мочевины (карбамида), %, вычисляют по формуле

$$X = V0{,}0017\frac{100}{m} = \frac{0{,}17V}{m}, \quad (1)$$

где V — объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, см^3;

0,0017 — масса аммиака, соответствующая 1 см^3 раствора соляной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм^3, г;

m — масса навески мочевины (карбамида), г.

Если концентрация соляной кислоты не соответствует точно 0,1 моль/дм^3, необходимо ввести поправочный коэффициент.

За результат измерений принимают среднеарифметическое значение $(\overline{X})$ двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать предел повторяемости, равный 0,001 %.

12 Требования к показателям точности измерений

Границы допускаемой относительной погрешности $\pm\,\delta$ (%) измерений по данной методике — ± 4 % при P = 0,95.

13 Оформление результатов измерений

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

$$\overline{X} \pm \Delta,\ \%,\ \text{при}\ P = 0{,}95,$$

где $\overline{X}$ — среднеарифметическое значение двух параллельных определений щелочности пробы мочевины (карбамида), %;

Δ — границы абсолютной погрешности, %, 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 результатов измерений должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение границ абсолютной погрешности.

Допустимо представлять результаты 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 щелочности идентичной пробы мочевины (карбамида), полученными в двух лабораториях, не должно превышать предел воспроизводимости, равный 0,0014 %.

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, определение содержания, щелочность, объемный анализ, титриметрический метод

Редактор переиздания *Н.Е. Рагузина*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.М. Поляченко*
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. 0,68.

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