МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32469— 2013

КАРБАМИД (МОЧЕВИНА)

Определение цвета формальдегидного раствора в единицах Хазена (платино-кобальтовая шкала)

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. № 1842-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32469—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2015 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 50568.4—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. № 1842-ст ГОСТ Р 50568.4—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 цвета формальдегидного раствора в единицах Хазена (платино-кобальтовая шкала)

Urea for industrial use.
Determination of colority of formaldehyde solution in Hasen's units (platinum-cobalt scale)

Дата введения — 2015—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает порядок определения цвета формальдегидного раствора карбамида (мочевины) в единицах Хазена (платино-кобальтовая шкала) колориметрическим методом.

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 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 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4525 Реактивы. Кобальт хлористый 6-водный. Технические условия

ГОСТ 6709 Реактивы. Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6995 Реактивы. Метанол-яд. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 13498 Платина и сплавы на ее основе. Марки

ГОСТ 14871 Реактивы. Метод определения цветности жидких химических реактивов и растворов реактивов

Издание официальное

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

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

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 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 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **цветовая единица Хазена:** Окраска раствора, содержащего 1 мг платины в виде платинохлористоводородной кислоты в присутствии 2 мг гексагидрата хлорида кобальта (II) на 1 $дм^3$.

4 Сущность метода

Определение цвета формальдегидного раствора мочевины (карбамида) в единицах Хазена (платино-кобальтовая шкала) выполняют колориметрическим методом. Метод основан на визуальном сравнении окраски раствора карбамида в формальдегиде, стабилизированном при значении pH, находящемся в пределах (10 ± 0,1), с окраской растворов сравнения Хазена и выражении результатов в единицах Хазена (по платино-кобальтовой шкале).

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

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

5.1 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 и с ценой деления 0,1 °С по ГОСТ 28498.

Колбы мерные 1(2)—500—2, 1(2)—1000—2, 1(2)—2000—2 по ГОСТ 1770.

Цилиндр 1(3)—100—2 по ГОСТ 1770.

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

Пипетки градуированные 1(2)—2—2—5, 1(2)—2—2—10 по ГОСТ 29227.

Бюретки 1—2—2—25—0,1, 1—2—2—50—0,1 по ГОСТ 29251.

Стакан Н-1(2)—250, В-1(2)—250 по ГОСТ 25336.

Выпарительная чашка № 2, № 3 по ГОСТ 9147.

Водяная баня.

Две близкие по цвету стекла колориметрические пробирки, если возможно, с плоским основанием и меткой, нанесенной на расстоянии 100 мм от основания. Приемлемыми пробирками являются цилиндры Несслера вместимостью 50 и 100 $см^3$, широко применяемые в технике, и колориметрические плоскодонные пробирки из бесцветного стекла.

Для измерения слабого окрашивания (менее 50 единиц Хазена) высота метки над основанием должна быть больше по сравнению с высотой метки для измерения более интенсивного окрашивания. Высота метки должна быть достаточной для получения при просмотре жидкости четко выраженного разграничения между растворами сравнения Хазена.

5.2 Реактивы и материалы

Платина по ГОСТ 13498.

Кобальт хлористый 6-водный по ГОСТ 4525.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 $г/см^3$, раствор с массовой долей примерно 38 %.

Азотная кислота по ГОСТ 4461 плотностью 1,4 $г/см^3$, раствор с массовой долей примерно 65 %.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

Формальдегид по ГОСТ 1625.

Метанол-яд по ГОСТ 6995.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты.

Хлороплатинат калия (K_2PtCl_6).

6 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 2081.

7 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 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

Работающие должны быть обучены правилам безопасности труда согласно ГОСТ 12.0.004.

8 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.

9 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.

10 Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы.

10.1 Приготовление титрованных и вспомогательных растворов

10.1.1 «Царская водка», смесь азотной и соляной кислот 1:3

Смешивают в соотношении 1:3 (по объему) концентрированную азотную кислоту (плотность 1,4 г/см^3) и концентрированную соляную кислоту (плотность 1,19 г/см^3).

10.1.2 Платинохлористоводородная кислота

Растворяют навеску платины массой 1,00 г в достаточном количестве «царской водки» в выпарительной фарфоровой или кварцевой чашке, нагревая ее на кипящей водяной бане. После растворения металла раствор выпаривают досуха. Добавляют 4 см^3 соляной кислоты (плотность 1,19 г/см^3) и снова выпаривают досуха. Повторяют эту операцию еще два раза. Таким образом получают 2,10 г платинохлористоводородной кислоты (H_2PtCl_6).

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

Данный раствор должен быть прозрачным, и его цвет не должен превышать пять единиц Хазена (по ГОСТ 14871) после добавления раствора гидроокиси натрия до установления значения pH, равного 10, и выдержки раствора в состоянии покоя в течение 15 мин.

Допускается применение формалина по ГОСТ 1625.

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

10.1.5 Основной раствор, 500 единиц Хазена: растворяют 2,00 г хлорида кобальта и соответствующие навески платинохлористоводородной кислоты массой 2,10 г или хлороплатината калия массой 2,49 г, содержащие 1,00 г платины, в воде в мерной колбе вместимостью 2000 см^3, добавляют 200 см^3 соляной кислоты, объем в колбе доводят до метки и перемешивают.

Окраска полученного раствора равна 500 единицам Хазена.

10.1.6 Растворы сравнения Хазена (разбавленные растворы)

Последовательно в каждую из десяти мерных колб вместимостью 500 см^3 вносят соответствующие объемы основного раствора (10.1.5), указанные в таблице 1, объем в колбах доводят до метки и перемешивают.

Таблица 1 — Соответствие приготовленных растворов значениям интенсивности окраски

Объем основного раствора (10.1.5), см^3	Соответствующая интенсивность окраски, единицы Хазена
0	0
5	5
10	10
15	15
20	20
25	25
30	30
35	35
40	40
50	50

Хранят растворы (10.1.5 и 10.1.6) в темноте в закрытых стеклянных бутылях. При соблюдении этих условий окраска основного раствора (10.1.5) сохраняется 1 год. Растворы сравнения Хазена (10.1.6), несмотря на то что окраска их устойчива в течение 1 месяца, рекомендуется готовить накануне испытания.

11 Выполнение измерений

В стакан помещают 100 г раствора формальдегида и добавляют навеску карбамида массой (56 ± 0,05) г, доводят температуру раствора приблизительно до 20 °С и перемешивают содержимое стакана до полного растворения пробы.

Погружают два электрода pH-метра в раствор и регулируют pH до значения 10 ± 0,1 добавлением раствора гидроокиси натрия *c* (NaOH) = 0,5 моль/дм^3 (0,5 н.). Извлекают электроды и оставляют раствор в покое на 15 мин.

Сравнивают визуально цветовые характеристики образца и цветовые характеристики растворов сравнения Хазена. Если соответствие отсутствует, то следуют правилам, изложенным в разделе 12.

Наливают до метки в одну колориметрическую пробирку формальдегидный раствор мочевины (карбамида), а в другую — близкий ему по цвету раствор сравнения Хазена.

Сравнивают на белом фоне цвет образца с цветом соответствующего раствора сравнения Хазена, просматривая пробирки по вертикальной оси (сверху вниз) при ярком освещении дневным светом или электрической лампой дневного света, не допуская какого-либо бокового освещения.

Повторяют сравнение, при необходимости, с другими растворами сравнения Хазена до тех пор, пока не будет достигнуто максимальное совпадение цветов.

Примечание

1 Существуют приборы, позволяющие проводить визуальное сравнение жидкости определенного объема с подвижными окрашенными дисками, цвета которых соответствуют различным растворам сравнения Хазена. Применение таких приборов, эталоны которых устойчивы, допускается при условии получения результатов, аналогичных результатам при использовании соответствующих растворов сравнения Хазена.

2 В процессе общепринятого контроля можно применять колориметр или спектрофотометр, однако в данном случае прибор должен быть проверен по основному раствору и растворам сравнения (по 10.1.5 и 10.1.6) для подтверждения полного соответствия результатов, полученных с помощью прибора и при визуальном сравнении.

12 Обработка результатов измерений и установление их окончательных значений

Обработку результатов определения цвета формальдегидного раствора мочевины (карбамида) в единицах Хазена (платино-кобальтовая шкала) выполняют следующим образом: выражают цвет формальдегидного раствора мочевины (карбамида) числом цветовых единиц Хазена, соответствующим раствору сравнения Хазена, наиболее подходящему по окраске образцу. Если цвет образца формальдегидного раствора мочевины (карбамида) не соответствует цвету растворов сравнения Хазена (коричнево-желтому), то описывают наблюдаемый цвет и дают оценку его интенсивности.

УДК 661.717.5.001.4:006.354 МКС 65.080

Ключевые слова: мочевина, карбамид, цвет, визуальный анализ, испытуемые образцы, формальдегидный раствор, единицы Хазена, платино-кобальтовая шкала

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. 0,60.

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