МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32471— 2013

КАРБАМИД (МОЧЕВИНА)

Потенциометрический метод определения буферной емкости

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. № 1843-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32471—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2015 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 50568.5—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. № 1843-ст ГОСТ Р 50568.5—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 буферной емкости

Urea for industrial use. Potentiometric method of buffer capacity determination

Дата введения — 2015—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает порядок определения буферной емкости раствора карбамида (мочевины) условной концентрации потенциометрическим методом при добавлении раствора соляной кислоты концентрации c (HCl) = 0,05 моль/дм^3 в диапазоне от 0,3 до 0,8 см^3.

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 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2081 Карбамид. Технические условия

ГОСТ 3118 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4199 Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 4328 Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7328 Гири. Общие технические условия

ГОСТ 9293 Азот газообразный и жидкий. Технические условия

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

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

Издание официальное

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

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru казателям 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 буферной емкости мочевины (карбамида) выполняют потенциометрическим методом.

Метод основан на измерении объема раствора соляной кислоты концентрации c (HCl) = = 0,05 моль/дм^3, необходимого для изменения значения pH раствора, содержащего 100 г карбамида в 1000 см^3 раствора, с 8 до 6 при температуре (20 ± 0,5) °С.

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 производить 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 7328.

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

Бюретка 1—2—2—25—0,1 по ГОСТ 29251.

Колба мерная 1(2)—500—2, 1(2)—1000—2 по ГОСТ 1770.

Стаканы Н-1(2)—600 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—100—2, 1(3)—500—2 по ГОСТ 1770.

Стандарт-титры для приготовления буферных растворов по ГОСТ 8.135.

4.2 Реактивы и материалы

Соляная кислота по ГОСТ 3118.

Гидроокись натрия по ГОСТ 4328.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199.

Азот газообразный особой чистоты по ГОСТ 9293 (не содержащий двуокиси углерода).

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 проводятся 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) = 0,05 моль/дм^3

Готовят в соответствии с ГОСТ 25794.1.

9.1.2 Гидроокись натрия, раствор концентрации *c* (NaOH) = 0,05 моль/дм^3

Готовят в соответствии с ГОСТ 25794.1.

9.1.3 Гидроокись натрия, раствор концентрации *c* (NaOH) = 0,5 моль/дм^3

Готовят в соответствии с ГОСТ 25794.1.

9.1.4 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 не реже чем раз в месяц.

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

9.1.5 Буферный раствор однозамещенного фталата калия и гидроокиси натрия

Растворяют (10,21 ± 0,01) г однозамещенного фталата калия (COOH—C_6H_4—COOK) 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 не реже чем раз в месяц.

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

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 п. 9.1.4 и п. 9.1.5. Взамен буферного раствора, приготовленного по п. 9.1.4, допускается использовать буферный раствор, приготовленный из стандарт-титра по ГОСТ 8.135 с pH, равным 9,18.

10 Выполнение измерений

Навеску карбамида массой (50 ± 0,05) г помещают в стакан, добавляют приблизительно 300 см^3 воды и перемешивают до полного растворения пробы. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, объем в колбе доводят до метки и перемешивают.

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 значение pH равно или больше 8,5, добавляют с помощью бюретки порциями по 0,25 см^3 титрованный раствор соляной кислоты c (HCl) = 0,05 моль/дм^3 до тех пор, пока pH не будет равен 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 см^3 титрованный раствор гидроокиси натрия c (NaOH) = 0,05 моль/дм^3, при этом каждый раз записывают значение pH после перемешивания раствора в течение 5—10 с до тех пор, пока значение 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.

11 Обработка результатов измерений и установление их окончательных значений

Обработку результатов измерения буферной емкости пробы карбамида выполняют следующим образом.

Строят на миллиметровой бумаге график, откладывая по оси ординат значение pH (масштаб 10 мм = 0,1 единицы pH), а по оси абсцисс — соответствующий объем титрованного раствора соляной кислоты концентрации c (HCl) = 0,05 моль/дм^3 в кубических сантиметрах (масштаб 10 мм = 0,5 см^3). Допускается проводить построение графика с использованием компьютерных программ.

По градуировочному графику определяют объем титрованного раствора соляной кислоты концентрации c (HCl) = 0,05 моль/дм^3 в кубических сантиметрах, необходимый для изменения значения pH с 8 на 6. Этот объем и представляет собой буферную емкость раствора.

За результат измерений принимают среднее арифметическое $(\overline{X})$ двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать предела повторяемости, равного 0,1 см^3 раствора соляной кислоты концентрации c (HCl) = 0,05 моль/дм^3.

12 Требования к показателям точности измерений

Границы допускаемой относительной погрешности ± δ, %, измерений по данной методике ± 10 % 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 $\bar{X}$ — среднеарифметическое значение двух параллельных определений буферной емкости пробы карбамида, см^3 раствора соляной кислоты концентрации c (HCl) = 0,05 моль/дм^3;

Δ — границы абсолютной погрешности, см^3 раствора соляной кислоты концентрации c (HCl) = 0,05 моль/дм^3, при доверительной вероятности P = 0,95.

Перевод значений метрологических характеристик из относительных в абсолютные осуществляют по формуле

$$\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot \bar{X}. \quad (1)$$

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

Допустимо представлять результат в виде

$$\bar{X} \pm \Delta_л, P = 0{,}95,$$

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

$$\Delta_л = 0{,}84 \cdot \Delta \quad (2)$$

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 буферной емкости идентичной пробы карбамида, получаемыми в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости, равного 0,15 см^3 раствора соляной кислоты концентрации c (HCl) = 0,05 моль/дм^3.

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 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, буферные растворы, потенциометрический анализ

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