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
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0–92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН 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 Настоящий стандарт разработан на основе ГОСТ Р 50568.4–93 «Мочевина (карбамид) техническая. Определение цвета формальдегидного раствора в единицах Хазена (платино-кобальтовая шкала)»

5. 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.

6. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2014

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

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

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—90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019—79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты[1)]

ГОСТ 12.4.009—83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ OIML R 111-1—2009 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

ГОСТ 1625—89 Формалин технический. Технические условия

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

ГОСТ 2081—2010 Карбамид. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4525—77 Реактивы. Кобальт хлористый 6-водный. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Реактивы. Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6995—77 Реактивы. Метанол-яд. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 13498—2010 Платина и сплавы на ее основе. Марки

ГОСТ 14871—76 Реактивы. Метод определения цветности жидких химических реактивов и растворов реактивов

[1)] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009 «Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты».

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования[2)]

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

ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт 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.

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

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

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

Подписано в печать 01.09.2014. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 0,93. Тираж 35 экз. Зак 3445.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru