МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ICS)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32471– 2013

КАРБАМИД (МОЧЕВИНА)

Потенциометрический метод определения буферной емкости

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 50568.5-93 «Мочевина (карбамид) техническая. Потенциометрический метод определения буферной емкости».

5. 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.

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

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения национального органа Российской Федерации по стандартизации.

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)
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 с (HCl) =0,05 моль/дм^3 в диапазоне от 0,3 до 0,8 см^3.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.135-2004 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—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 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2081—2010 Карбамид. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4199—76 Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7328—2001 Гири. Общие технические условия

ГОСТ 9293-74 Азот газообразный и жидкий. Технические условия

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

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

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

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

Издание официальное

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 29251—91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть I. 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 Сущность метода

Определение буферной емкости мочевины (карбамида) выполняют потенциометрическим методом.

Метод основан на измерении объема раствора соляной кислоты концентрации с (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 с (HCl) =0,05 моль/дм^3

Готовят в соответствии с ГОСТ 25794.1.

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

Готовят в соответствии с ГОСТ 25794.1.

9.1.3 Гидроокись натрия, раствор концентрации с (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 с (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 с (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 с (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 с (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 с (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 с (HCl) =0,05 моль/$дм^3$.

12 Требования к показателям точности измерений

Границы допускаемой относительной погрешности $\pm\delta$, %, измерений по данной методике ±10 % при P=0,95.

13 Оформление результатов измерений

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

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

где $\overline{X}$ – среднеарифметическое значение двух параллельных определений буферной емкости пробы карбамида, $см^3$ раствора соляной кислоты концентрации с (HCl) =0,05 моль/$дм^3$;

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

Перевод значений метрологических характеристик из относительных в абсолютные осуществляют по формуле

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

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

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

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, получаемых в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости, равного 0,15 см^3 раствора соляной кислоты концентрации с (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

Подписано в печать 01.04.2014. Формат 60x84 1/8.

Усл. печ. л. 0,93. Тираж 31 экз. Зак. 1958.

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