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
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 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 Настоящий стандарт разработан на основе ГОСТ Р 50568.2–93 «Мочевина (карбамид) техническая. Определение щелочности. Титриметрический метод»

5. 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

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

ГОСТ 2081—92 Карбамид. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования. Технические условия[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

[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».

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 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 12.1.004 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 ± 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

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

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 ± δ (%) 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

$$\Delta = 0,01\,\delta\,\bar{X}. \quad (2)$$

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

Подписано в печать 01.09.2014. Формат 60х84 1/8.
Усл. печ. л. 0,93. Тираж 35 экз. Зак. 3446 .
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