МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32468 — 2013

КАРБАМИД (МОЧЕВИНА)

Определение содержания железа Фотометрический метод с применением 2,2' - бипиридила

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 50568.3-93 «Мочевина (карбамид) техническая. Определение содержания железа. Фотометрический метод с применением 2,2' - бипиридила».

5. Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 1841-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32468–2013 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 содержания железа

Фотометрический метод с применением 2,2′ - бипиридила

Urea for industrial use. Determination of iron content.
Photometric method with use of 2,2'-bipyridyl

Дата введения — 2015–01–01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает порядок определения содержания железа в технической мочевине (карбамиде) фотометрическим методом с использованием 2,2'-бипиридила в диапазоне от 0,00005 % до 0,00015 %.

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 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 12.4.021—75 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. Технические условия

ГОСТ 2081—2010 Карбамид. Технические условия

ГОСТ 3117—78 Аммоний уксуснокислый. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4208—72 Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора). Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4223—75 Калий сернокислый кислый. Технические условия

ГОСТ 5456—79 Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

ГОСТ 6563—75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

[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 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой

ГОСТ 29227—91 (ИСО 8351—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 Сущность метода

Определение содержания железа в мочевине (карбамиде) выполняют фотометрическим методом.

Метод основан на прокаливании вещества при температуре 800 °С, плавлении осадка с добавкой безводного кислого сернокислого калия, растворении в соляной кислоте, восстановлении трехвалентного железа с использованием гидрохлорида гидроксиламина с последующим образованием комплекса двухвалентного железа с 2,2'-бипиридилом в присутствии буферного раствора (pH 4,5—6) и фотометрированием окрашенного раствора при длине волны 522 нм.

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

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, позволяющий проводить измерения оптической плотности при длине волны 522 нм.

Кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

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.

Колбы 1(2)-1000-2, 1(2)-500-2, 1(2)- 100-2, 1(2)-50-2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры 1(3)-100 -2, 1(3)-50-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки с одной меткой 2-2-50 по ГОСТ 29169.

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

Бюретка 1-2-2-50-0,1 по ГОСТ 29251.

Платиновый тигель № 107-3 по ГОСТ 6563.

Стакан В-1-250 ТХС по ГОСТ 25336.

Электропечь сопротивления лабораторная муфельная, способная поддерживать заданную температуру 300 °С и 800 °С.

4.2 Реактивы и материалы

Калий сернокислый кислый безводный по ГОСТ 4223.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

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

Серная кислота по ГОСТ 4204.
Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117.
Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208.
2,2'-бипиридил.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты.

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 вспомогательных растворов

9.1.1 Гидроксиламина гидрохлорид, раствор концентрации 100 г/дм^3

Навеску гидроксиламина гидрохлорида ($NH_2OH \cdot HC1$) массой 10,00 г помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в небольшом количестве воды, доводят объем в колбе до метки и перемешивают.

9.1.2 Аммоний уксуснокислый, раствор концентрации 300 г/дм^3

Навеску уксуснокислого аммония (CH_3COONH_4) массой 30,00 г помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в небольшом количестве воды, доводят объем в колбе до метки и перемешивают.

9.1.3 Соляная кислота, раствор концентрации примерно *с* (HCl)=1 моль/дм^3; Готовят по ГОСТ 25794.1.

9.1.4 Серная кислота, раствор концентрации 100 г/дм^3

5,5 см^3 серной кислоты (ρ=1,83 г/см^3) по ГОСТ 4204 осторожно приливают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, в которую предварительно налито около 50 см^3 воды, доводят объем в колбе до метки и перемешивают.

9.1.5 2,2'-бипиридил, раствор концентрации 10 г/дм^3 в соляной кислоте

Навеску 2,2'-бипиридила массой 1,0000 г помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 10 см^3 раствора соляной кислоты концентрации 1 моль/дм^3, доводят объем в колбе до

метки водой и перемешивают.

9.2 Приготовление градуировочных растворов

9.2.1 Основной раствор с содержанием железа 2,00 мг/см^3

7,022 г соли Мора ($FeSO_4$ $(NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O$) помещают в стакан, добавляют 50 см^3 раствора серной кислоты концентрации 100 г/дм^3 и переносят количественно в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см^3 основного раствора содержит 2,00 мг железа.

9.2.2 Рабочий раствор № 1 с содержанием железа 0,20 мг/см^3

50,0 см^3 основного раствора с содержанием железа 2,00 мг/см^3 переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, добавляют 5 см^3 раствора серной кислоты концентрации 100 г/дм^3, доводят объем в колбе до метки водой и перемешивают.

1 см^3 этого рабочего раствора № 1 содержит 0,20 мг железа.

Раствор готовят непосредственно перед использованием.

9.2.3 Рабочий раствор № 2 с содержанием железа 0,010 мг/см^3

50,0 см^3 рабочего раствора № 1 с содержанием железа 0,20 мг/см^3 переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем в колбе до метки водой и перемешивают.

1 см^3 этого рабочего раствора № 2 содержит 0,010 мг железа.

Раствор готовят непосредственно перед использованием.

9.3 Построение градуировочного графика

9.3.1 Готовят серию градуировочных растворов. В 11 мерных колб вместимостью 100 см^3 помещают соответствующие объемы рабочего раствора № 2 с содержанием железа 0,010 мг/см^3 , указанные в таблице 1.

В каждую колбу добавляют количество воды, необходимое для того, чтобы довести объем до 50 см^3, затем добавляют 2 см^3 раствора соляной кислоты и 2 см^3 раствора гидрохлорида гидроксиламина, перемешивая после каждого добавления. Оставляют колбы в покое в течение 5 мин, затем добавляют 5 см^3 раствора уксуснокислого аммония и 1 см^3 раствора 2,2'-бипиридила. Разбавляют до метки, тщательно перемешивают и оставляют в покое на 10 мин.

Таблица 1

Объем рабочего раствора № 2 с содержанием железа 0,010 мг/см^3, см^3	Масса железа, мкг
0*	0
5,0	50
10,0	100
15,0	150
20,0	200
25,0	250
30,0	300
35,0	350
40,0	400
45,0	450
50,0	500
* Компенсирующий раствор.	

9.3.2 Проводят фотометрические измерения на спектрофотометре при длине волны 522 нм или фотоэлектроколориметре с соответствующим светофильтром, в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм, установив прибор на нулевое поглощение по компенсирующему раствору.

Строят график, откладывая по оси абсцисс значения массы железа в миллиграммах, содержащейся в 100 см^3 градуировочного раствора, а по оси ординат — соответствующие значения оптической плотности.

9.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики заключается в определении параметров этой характеристики через установленные промежутки времени, сопоставлении их с

первоначальными параметрами и оценке на этой основе возможности продолжения текущих измерений.

Периодичность контроля определяется частотой использования методики.

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят в соответствии с графиком контроля и при каждой смене реактивов. Средствами контроля являются градуировочные растворы – образцы для градуировки. Для контроля готовят не менее трех образцов для градуировки по 9.3.

Градуировочную характеристику считают стабильной, если расхождение между заданным и измеренным значениями массы железа в образце для градуировки не превышает допускаемое относительное расхождение ± 30 %.

Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется для одного из образцов для градуировки, выполняют повторное приготовление и измерение этого образца. Если градуировочная характеристика нестабильна, выясняют причины и повторяют контроль с использованием других образцов для градуировки, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении нестабильности строят новый градуировочный график.

10 Подготовка пробы и выполнение измерений

Взвешивают (100 ± 0,1) г карбамида.

Параллельно проводят холостой опыт в соответствии с установленной методикой без аналитической пробы (пробы карбамида).

Нагревают тигель над небольшим пламенем и помещают в него часть пробы.

После расплавления добавляют небольшими порциями оставшуюся часть пробы, ожидая после каждого добавления расплавления продукта.

После получения твердой серой массы помещают тигель, содержащий вещество, в электрическую печь при температуре 300 °С. Постепенно повышают температуру до 800 °С. Затем продолжают нагревание до полного прокаливания осадка, определяемого по изменению окраски. Извлекают тигель из печи и охлаждают его. Добавляют в тигель (1 ± 0,01) г кислого сернокислого калия и расплавляют над пламенем. Выдерживают плав в течение 10 мин над пламенем и затем охлаждают. Растворяют плав, слегка подогревая, в 2 $см^3$ раствора соляной кислоты и 10 $см^3$ воды. Полученный раствор помещают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, при необходимости отфильтровывая, объем в колбе доводят до метки и перемешивают.

Переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ аликвотную часть анализируемого раствора, содержащую 50—500 мкг Fe.

При необходимости разбавляют до 50 $см^3$ и последовательно добавляют, перемешивая после каждого добавления, 2 $см^3$ раствора соляной кислоты и 2 $см^3$ раствора гидрохлорида гидроксиламина. Оставляют в покое на 5 мин, затем добавляют 5 $см^3$ раствора уксуснокислого аммония и 1 $см^3$ раствора 2,2′-бипиридила. Разбавляют до метки водой, перемешивают и оставляют в покое на 10 мин.

Проводят фотометрические измерения анализируемого раствора и раствора холостого опыта, аналогично методике анализа, приведенной в 9.3.2, предварительно отрегулировав прибор на нулевое поглощение по отношению к воде.

11 Обработка результатов измерений и установление их окончательных значений

Обработку результатов измерений содержания железа в пробах карбамида выполняют следующим образом.

Массовую долю железа в пробе карбамида, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{C_x 50 \cdot 100}{\alpha V_\alpha 1000}, \quad (1)$$

где C_x - масса железа, найденная в аликвоте анализируемого раствора, г;

α-навеска пробы карбамида, взятая для определения, г.;

V_a - объем (аликвота) раствора пробы, взятый для определения, $см^3$.

За результат измерений принимают среднеарифметическое значение ($\overline{X}$) двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать предел повторяемости, равный 0,00003 %.

12 Требования к показателям точности измерений

Границы допускаемой относительной погрешности ± δ, (%), измерений по данной методике – ± 30 % при P = 0,95.

13 Оформление результатов измерений

Результаты измерений в документах, предусматривающих их использование, представляют в виде:

$$\overline{X} \pm \Delta, \%, \text{ при } P=0,95,$$

где $\overline{X}$ – среднеарифметическое значение двух параллельных определений содержания железа в пробе карбамида, %;

Δ – границы абсолютной погрешности, %, при доверительной вероятности P = 0,95.

Перевод значений метрологических характеристик из относительных в абсолютные осуществляют по формуле

$$\Delta = 0,01\ \delta\ \overline{X} \qquad (2)$$

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

Допустимо представлять результат 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

$$\Delta_л = 0,84\Delta, \qquad (3)$$

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 содержания железа в идентичной пробе карбамида, получаемыми в двух лабораториях, не должно превышать предел воспроизводимости, равный 0,00004 %.

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 железа, фотометрический метод, 2,2'-бипиридил

Подписано в печать 01.09.2014. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 35 экз. Зак. 3444 .
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