

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**МОЧЕВИНА (КАРБАМИД) ТЕХНИЧЕСКАЯ**

Потенциометрический метод определения
изменения рН в присутствии формальдегида

Urea for industrial use.
Potentiometric method for determination
of pH variation in presence of formaldehyde

Дата введения 1994—07—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает потенциометрический метод определения изменения рН в результате добавления формальдегида к раствору мочевины (карбамида) условных концентраций и рН.

Дополнительные требования, отражающие потребности народного хозяйства, выделены курсивом.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ 8.135—74 ГСИ. рН-метрия. Стандарт-титры для приготовления образцовых буферных растворов 2-го разряда
- ГОСТ 1625—89 Формалин технический. Технические условия
- ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия
- ГОСТ 2081—92. Карбамид. Технические условия
- ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
- ГОСТ 4199—76 Натрий тетраборноокислый 10-водный. Технические условия
- ГОСТ 4328—77 Натрия гидроксид. Технические условия
- ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ Р 50568.5—93 Мочевина (карбамид) техническая. Потенциометрический метод определения буферной емкости

3 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на определении при температуре $(20 \pm 0,5)^\circ\text{C}$ количества титрованного раствора гидрата окиси натрия концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,01$ моль/дм³ (0,01 н.), необходимого для доведения до 8,3 рН раствора, содержащего 50 г карбамида в 100 см³ воды, после добавления формальдегида.

4 ОТБОР ПРОБ

Отбор проб — по ГОСТ 2081.

5 РЕАКТИВЫ

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты, свежekiпяченая и охлажденная до комнатной температуры.

Формальдегид, раствор концентрации от 350 до 370 г/дм³, стабилизированный приблизительно 10 %-ным (по объему метиловым спиртом).

Допускается применение формалина по ГОСТ 1625.

Соляная кислота по ГОСТ 3118, раствор концентрации $c(\text{HCl}) = 0,01$ моль/дм³ (0,01 н.).

Гидрат окиси натрия по ГОСТ 4328, раствор концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,01$ моль/дм³ (0,01 н.).

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, раствор концентрации 0,01 моль/дм³ (буферный раствор).

($3,81 \pm 0,01$) г декагидрата тетрабората натрия ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \times 10\text{H}_2\text{O}$) растворяют в воде. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют до метки и перемешивают.

Полученный раствор предохраняют от атмосферной двуокиси углерода и заменяют свежим не реже чем раз в месяц.

рН полученного буферного раствора при 20°C равен 9,22.

Буферный раствор однозамещенного фталата калия и гидрата окиси натрия:

($10,21 \pm 0,01$) г однозамещенного фталата калия ($\text{COOH}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COOK}$) растворяют в 500 см³ воды и добавляют при пос-

тоянном перемешивании 70,90 см³ раствора гидрата окиси натрия концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,5$ моль/дм³ (0,5 н.). Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют до метки и перемешивают.

Полученный раствор предохраняют от атмосферной двуокиси углерода и заменяют свежим не реже чем раз в месяц.

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

Для приготовления буферных растворов допускается применение стандарт-титра по ГОСТ 8.135 с pH = 9,18.

6 АППАРАТУРА

Обычное лабораторное оборудование и pH-метр со стеклянным и каломельным электродами чувствительностью 0,05 единиц pH.

Допускается применение универсального иономера с погрешностью измерения $\pm 0,05$ единиц pH, электродов типа ЭВЛ-1М3, ЭСЛ-63—07 или ЭСЛ-43—07.

Бюретка вместимостью 25 см³.

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

Стакан Н-1(2)—400 ТХС по ГОСТ 25336.

7 ОПРЕДЕЛЕНИЕ

7.1. Взвешивают $(50 \pm 0,05)$ г карбамида.

7.2. Калибруют pH-метр при температуре $(20 \pm 0,5)$ °C с помощью буферных растворов.

7.3. Наливают 100 см³ воды в стакан и добавляют пробу. Слегка подогревают (не выше 30 °C) до полного растворения пробы, а затем охлаждают до $(20 \pm 0,5)$ °C.

Помещают оба электрода pH-метра в раствор и доводят pH раствора до pH 8,3, добавляя соответственно раствор кислоты или щелочи.

7.4. Наливают 100 см³ воды и 10 см³ раствора формальдегида в стакан, доводят температуру до $(20 \pm 0,5)$ °C, опускают два электрода pH-метра и доводят pH раствора до pH 8,3 добавляя соответственно раствор кислоты или щелочи. Смешивают полученный раствор с испытуемым раствором, накрывают стакан и выдерживают в течение 5 мин при температуре $(20 \pm 0,5)$ °C. С помощью бюретки добавляют раствор гидрата окиси натрия по каплям, стараясь держать стакан закрытым. Постоянно перемешивают раствор и определяют значения pH через 10—15 с после каждого добавления раствора гидрата окиси натрия. Продолжают добавление до pH 8,3.

8 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Изменение рН, выраженное в кубических сантиметрах раствора гидрата окиси натрия концентрации c (NaOH) = 0,05 моль/дм³ (0,05 н.), вычисляют по формуле

$$\frac{V}{5}.$$

где V — объем раствора гидрата окиси натрия, использованного для доведения рН до 8,3 см³.

Полученный результат выражают в кубических сантиметрах раствора гидрата окиси натрия концентрации c (NaOH) = 0,05 моль/дм³ (0,05 н.) для того, чтобы провести сравнение с результатом, полученным при определении буферной емкости по ГОСТ Р 50568.5

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,06 см³ для объема титрованного раствора гидрата окиси натрия от 1,30 до 3,50 см³.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 2,5\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$.

УДК 661.717.5.001.4:006.354

Л19

Ключевые слова: мочевины, химический анализ, рН, изменение, измерение, формальдегид, потенциометрический анализ.