ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МОЧЕВИНА (КАРБАМИД) ТЕХНИЧЕСКАЯ

Потенциометрический метод определения изменения pH 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 pH в результате добавления формальдегида к раствору мочевины (карбамида) условных концентраций и pH.

Дополнительные требования, отражающие потребности народного хозяйства, выделены курсивом.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.135—74 ГСИ. pH-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 тетраборнокислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

Издание официальное

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±0,5) °С количества титрованного раствора гидрата окиси натрия концентрации c (NaOH) = 0,01 моль/дм^3 (0,01 н.), необходимого для доведения до 8,3 pH раствора, содержащего 50 г карбамида в 100 см^3 воды, после добавления формальдегида.

4 ОТБОР ПРОБ

Отбор проб — по ГОСТ 2081.

5 РЕАКТИВЫ

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

Формальдегид, раствор концентрации от 350 до 370 г/дм^3, стабилизированный приблизительно 10 %-ным (по объему метиловым спиртом.

Допускается применение формалина по ГОСТ 1625.

Соляная кислота по ГОСТ 3118, раствор концентрации c HCl) = 0,01 моль/дм^3 (0,01 н.).

Гидрат окиси натрия по ГОСТ 4328, раствор концентрации c (NaOH) = 0,01 моль/дм^3 (0,01 н.).

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, раствор концентрации 0,01 моль/дм^3 (буферный раствор).

(3,81±0,01) г декагидрата тетрабората натрия ($Na_2B_4O_7 \times \times 10H_2O$) растворяют в воде. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, 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 20 °С равен 9,22.

Буферный раствор однозамещенного фталата калия и гидрата окиси натрия:

(10,21±0,01) г однозамещенного фталата калия ($COOH-$ $-C_6H_4-COOK$) растворяют в 500 см^3 воды и добавляют при пос-

тоянном перемешивании 70,90 см³ раствора гидрата окиси натрия концентрации c (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 °С 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 ±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±0,05) г карбамида.

7.2 Калибруют pH-метр при температуре (20±0,5) °С с помощью буферных растворов.

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

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±0,5) °С, 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±0,5) °С. 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 pH, выраженное в кубических сантиметрах раствора гидрата окиси натрия концентрации c (NaOH) = 0,05 моль/дм^3 (0,05 н), вычисляют по формуле

$$\frac{V}{5},$$

где V — объем раствора гидрата окиси натрия, использованного для доведения pH до 8,3 см^3.

Полученный результат выражают в кубических сантиметрах раствора гидрата окиси натрия концентрации c (NaOH) = = 0,05 моль/дм^3 (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 см^3 для объема титрованного раствора гидрата окиси натрия от 1,30 до 3,50 см^3.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±2,5 % при доверительной вероятности P = 0,95

УДК 661 717 5 001 4 006 354 Л19

Ключевые слова мочевина, химический анализ, pH, изменение, измерение, формальдегид, потенциометрический анализ