МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL ON STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ

ГОСТ
EN 15479—

СТАНДАРТ 2013

УДОБРЕНИЯ

СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ БИУРЕТА В КАРБАМИДЕ

(EN 15479:2009, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2013

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—97 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Порядок разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 84 «Неорганические продукты азотной группы на базе аммиака и азотной кислоты» (ОАО «ГИАП»)

2 ВНЕСЕН Техническим секретариатом Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 44-2013 от 14 ноября 2013 г.)

За принятие стандарта проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен европейскому региональному стандарту EN 15479:2009 Fertilizers — Spectrophotometric determination of biuret in urea» (Удобрения. Спектрометрическое определение биурета в карбамиде).

Европейский стандарт разработан Европейским техническим комитетом CEN/TC 260 «Удобрения и известковые материалы».

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры европейского стандарта, на основе которого подготовлен настоящий стандарт, и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в ФГУП «Стандартинформ».

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным европейским региональным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА.

Степень соответствия – идентичная (IDT).

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 1823-ст межгосударственный стандарт ГОСТ EN 15479-2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2015 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта публикуется в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты».

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты»

Стандартинформ, 2013

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

Содержание

1 Область применения
2 Нормативные ссылки
3 Термины и определения
4 Основные принципы
5 Реактивы
6 Аппаратура
7 Отбор и подготовка проб
8 Проведение испытания
9 Вычисление и запись результатов
10 Прецезионность
11 Протокол испытания
Приложение А (справочное) Результаты межлабораторных испытаний
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным европейским региональным стандартам
Библиография

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УДОБРЕНИЯ

СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ БИУРЕТА В КАРБАМИДЕ

Fertilizers. Spectrophotometric determination of biuret in urea

Дата введения – 2015-01-01

1 Область применения

Настоящий стандарт определяет метод определения биурета в карбамиде. Настоящий метод применяется к карбамиду и удобрениям, основанным на карбамиде.

Издание официальное

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные документы обязательны при применении данного стандарта. Для датированных ссылок применимо только указанное издание, для недатированных ссылок — последнее издание ссылочного документа (включая все изменения).

EN 1482-2 Fertilizers and liming materials. Sampling and sample preparation. Part 2. Sample preparation (Удобрения и известковые материалы. Отбор и подготовка проб. Часть 2. Подготовка проб)

EN 12944-1:1999 Fertilizers and liming materials and soil improvers. Vocabulary. Part 1. General terms. (Удобрения, известковые материалы и почвоулучшители. Словарь. Часть 1. Общие термины)

EN 12944-2:1999 Fertilizers and liming materials and soil improvers. Vocabulary. Part 2. Terms relating to fertilizers. (Удобрения, известковые материалы и почвоулучшители. Словарь. Часть 2. Термины, касающиеся удобрений)

EN ISO 3696:1995 Water for analytical laboratory use. Specification and test methods (ISO 3696:1987) (Вода для лабораторного анализа. Технические условия и методы испытаний (ISO 3696:1987)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по EN 12994-1:1999 и EN 12994-2:1999.

4 Основные принципы

Образование фиолетово-красного комплексного соединения биурета и двухвалентной меди в присутствии щелочного раствора виннокислой соли натрия и калия и последующее фотометрирование окрашенного раствора при длине волны 546 нм.

5 Реактивы

5.1 Общие принципы

Используют только реактивы признанной аналитической степени чистоты (ч.д.а) и дистиллированную или деминерализованную воду, без содержания оксида углерода и аммиака (степень чистоты 3 в соответствии с EN ISO 3696:1995). Качество воды особенно важно при данном определении.

5.2 Этанол

5.3 Кислота серная, концентрация приблизительно 0,05 моль/л

5.4 Раствор гидроксида натрия, с приблизительной концентрацией 0,1 моль/л.

5.5 Щелочной раствор виннокислой соли натрия и калия

В градуированной однолитровой колбе растворяют в 500 мл воды 40 г гидроксида натрия и оставляют охлаждаться. Добавляют 50 г виннокислой соли натрия и калия ($NaKC_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$). Доводят до метки водой и перед использованием оставляют в покое на 24 ч.

5.6 Раствор сульфата меди

В мерной однолитровой колбе растворяют в 500 мл воды 15 г сульфата меди ($CuSO4 \cdot 5H2O$). Доводят до метки водой.

5.7 Свежеприготовленный раствор биурета

В мерной колбе, вместимостью 250 мл растворяют в воде 0,250 г чистого биурета[1]. Доводят до 250 мл. Один миллилитр данного раствора содержит 0,001 г биурета.

5.8 Раствор индикатора

В мерной колбе вместимостью 100 мл растворяют в 50 мл этанола концентрацией 95 % 0,1 г метилового красного, доводят водой до метки 100 мл. Фильтруют, если остается нерастворимый осадок. Данный индикатор красный в кислом растворе и желтый в щелочном растворе.

1. Аппаратура

6.1 Спектрофотометр или фотометр

С фильтрами, чувствительностью и прецизионностью, позволяющими проводить измерения при коэффициенте пропускания меньше чем 0,5 %. Коэффициент пропускания T рассчитывают по следующей формуле:

$$T = \frac{J}{J_0}. \qquad (1)$$

Коэффициент непрозрачности O рассчитывают по следующей формуле:

---

[1] Биурет может быть заблаговременно очищен промыванием раствором аммиака (10 %), затем ацетоном и высушиванием в вакууме.

$$O = \frac{J_0}{J}. \quad (2)$$

Поглощение E рассчитывается по следующей формуле:

$$E = \log O. \quad (3)$$

Поглощение на единицу расстояния прохождения света k рассчитывают по следующей формуле:

$$k = \frac{E}{s}. \quad (4)$$

Коэффициент удельного поглощения K рассчитывают по следующей формуле:

$$K = \frac{E}{\rho \bullet s}. \quad (5)$$

где J_0 — интенсивность луча монохроматических излучений (на определенной длине волны) до прохождения через прозрачное тело;

J — интенсивность данного луча после прохождения;

s — толщина слоя в сантиметрах;

ρ — массовая концентрация в миллиграммах на литр;

k — удельный коэффициент для каждого вещества в законе Ламберта-Бера.

6.2 Мерные колбы, вместимостью 100, 250 и 1000 мл.

6.3 Градуированные пипетки вместимостью 2, 5, 10, 20, 25 и 50 мл или бюретка вместимостью 25 мл, градуированная по 0,05 мл.

6.4 Химический стакан вместимостью 250 мл.

6.5 Стеклянная колонка для катионо-обменной смолы высотой 20 см, диаметром 25 мм, с поддоном из нейлоновой марли с ячейкой сети шириной 0,1 мм и узким выходным отверстием с вентилем.

Колонка наполняется катионо-обменной смолой (сильный катион: например, дуолит С20) до высоты около 120 мм. Перед использованием колонки, смола должна быть сначала регенерирована 100 мл соляной кислоты (раствор соляной кислоты, концентрацией примерно 4 моль/л) и последующим промыванием водой до очищения элюента от кислоты. Смола должна быть регенерирована после каждого определения. Обменная емкость катионо-обменной смолы должна быть достаточно большой, чтобы гарантировать, что весь аммиак уловлен. Общий объем смолы составляет примерно 60 $см^3$; обменная емкость составляет примерно 60 милли-эквивалентов.

7 Отбор и подготовка проб

Отбор проб не является частью метода, определенного в настоящем стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приведен в EN 1482-1.

Подготовка проб должна проводиться в соответствии с EN 1482-2.

8 Проведение испытания

8.1 Построение калибровочной кривой

В набор из семи мерных колб вместимостью 100 мл переносят 0 мл, 2, 5, 10, 20, 25 и 50 мл аликвотных частей титрованного раствора биурета (5.7). Доводят водой примерно до 50 мл, добавляют одну каплю индикатора (5.8) и

нейтрализуют, при необходимости, серной кислотой, концентрацией 0,05 моль/л (5.3). Примешивают 20 мл щелочного виннокислого раствора (5.5), затем 20 мл раствора сульфата меди (5.6).

Эти растворы должны быть измерены двумя точными бюретками или лучше отобраны пипеткой.

Доводят до 100 мл водой, размешивают и оставляют на 15 мин при температуре (30±2) °С.

Используя «нулевой» титрованный раствор биурета как начало отсчета, измеряют поглощение каждого раствора при длине волны около 546 нм, используя кювету с подходящей длиной прохождения.

Строят калибровочный график, используя величину поглощения как ординату и соответствующее количество биурета в миллиграммах как абсциссу.

8.2 Подготовка испытуемого раствора

Взвешивают с точностью 0,001 г 10 г подготовленного образца; растворяют его примерно в 150 мл воды в мерной колбе вместимостью 250 мл, доводят до метки. При необходимости фильтруют.

Взвешивают с точностью до 0,001 г примерно 25 г образца, содержащего сульфат аммония. Переносят в химический стакан вместимостью 250 мл около 100 мл воды температурой около 70 °С и растворяют. Фильтруют раствор через

воронку Бюхнера с фильтром из стекловолокна и промывают фильтр примерно 50 мл воды. Переносят фильтрат в мерную колбу вместимостью 250 мл.

Доводят до температуры 20 °С, разбавляют до метки водой и перемешивают. Отбирают пипеткой 100 мл раствора и пропускают через катионо-обменную смолу со скоростью примерно 150 мл/ч. Собирают элюент в мерную колбу вместимостью 250 мл. Промывают смолу водой до общего полученного объема в мерной колбе, составляющего примерно 220 мл. Доводят до метки водой и перемешивают. Затем проводят испытания в соответствии с 8.3.

Устранение опалесценции: в случае присутствия любого коллоидного вещества при фильтровании могут возникнуть трудности. В данном случае раствор, предназначенный для испытания, должен быть подготовлен следующим образом:

- образец для испытания растворяют в 150 мл воды, добавляют 2 мл соляной кислоты концентрацией 1 моль/л и фильтруют раствор через два плоских фильтра очень тонкой очистки в градуированную колбу вместимостью 250 мл. Промывают фильтры водой и доводят до объема водой. Продолжают процесс в соответствии с методом, описанным в 8.3.

8.3 Определение

В соответствии с предполагаемым содержанием биурета отбирают пипеткой 25 или 50 мл раствора, упомянутого в 8.2, помещают данное количество в мерную колбу вместимостью 100 мл и, при необходимости, нейтрализуют, в зависимости

от того, что требуется, или раствором серной кислоты или раствором гидроксида натрия (5.3 или 5.4), используя в качестве индикатора метиловый красный, и добавляют с той же точностью, как и при построении градуировочной кривой, 20 мл щелочного раствора виннокислой соли натрия и калия (5.5) и 20 мл раствора меди (5.6). Доводят до метки, тщательно перемешивают и оставляют в течение 15 мин при температуре (30±2) °С.

Затем проводят фотометрические определения и рассчитывают количество биурета, присутствующего в карбамиде.

9 Вычисление и запись результатов

Z Массовую концентрацию ρ_B биурета в образце в процентах рассчитывают по следующей формуле:

$$\rho_B = \frac{m \cdot 2{,}5}{V}, \qquad (6)$$

где m – масса, в миллиграммах, биурета, полученная по градуировочной кривой;

V – объем аликвотной части в миллилитрах.

10 Прецезионность

10.1 Межлабораторное испытание

Межлабораторное испытание проводилось в 2004 году при участии 13 лабораторий, с двумя образцами карбамида. Данное испытание дало результаты

приведенные в Приложении А. Повторяемость и воспроизводимость были рассчитаны в соответствии с ISO 5725-1.

Значения, полученные из данного межлабораторного испытания, не могут быть применимы для концентрационных диапазонов и матриц, отличных от данных в Приложении А.

10.2 Повторяемость

Абсолютная разница между двумя независимыми результатами испытания, полученные при помощи идентичного метода на идентичном испытуемом материале в одной лаборатории, одним оператором на одном оборудовании в короткий интервал времени, будет не более чем в 5 % случаев превышать предел повторяемости *r*, приведенный в таблице 1.

10.3 Воспроизводимость

Абсолютная разница между двумя независимыми результатами испытания, полученные при помощи идентичного метода на идентичном испытуемом материале в разных лабораториях, разными операторами на разном оборудовании, будет не более чем в 5 % случаев превышать предел воспроизводимости R, приведенный в таблице 1.

Т а б л и ц а 1– Среднее значение, предел повторяемости и воспроизводимости

Образец	$\bar{x}$, %	r, %	R, %
Карбамид	0,81	0,04	0,20
Карбамид + S	0,76	0,05	0,38

Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать, как минимум, следующую информацию:

a) всю информацию, необходимую для полной идентификации образца;

b) использованный метод испытания со ссылкой на настоящий стандарт;

c) полученные результаты определения, выраженные в виде массовой доли биурета в удобрении, в процентах;

d) дату отбора проб и подготовки пробы (если известно);

e) дату завершения испытания;

f) выполнены ли требования к пределу повторяемости;

g) все подробности испытаний, не указанные в настоящем стандарте или рассматриваемые как необязательные, вместе с подробностями о любых происшествиях при проведении испытания, которые могли повлиять на результат(ы).

Приложение А

(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Прецизионность метода была установлена в 2004 году рабочей группой 7 «Химические испытания» в межлабораторном испытании, оцененном по ISO 5725-1. Статистические результаты приведены в таблице А.1.

Таблице А1

Параметры	Образец	
	Карбамид	Карбамид +S
Число участвующих лабораторий	13	9
Число лабораторий после учета промахов (принятые результаты испытания)	11	6
Среднее значение x, %	0,81	0,76
Стандартное отклонение повторяемости	0,01	0,02
Относительное стандартное отклонение повторяемости RSDr, %	1,7	2,0
Предел повторяемости r, %	0,04	0,05
Стандартное отклонение воспроизводимости	0,07	0,14
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости RSD_R, %	8,9	18,0
Предел воспроизводимости R, %	0,20	0,38

Приложение ДА

(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным европейским региональным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование регионального стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
EN 1482-2 Удобрения и известковые материалы. Отбор проб и подготовка проб. Часть 2. Подготовка проб	–	*
EN 12944-1:1999 Удобрения и известковые материалы и почвоулучшители. Словарь. Часть 1. Общие термины	–	*
EN 12944-2:1999 Удобрения и известковые материалы и почвоулучшители. Словарь. Часть 2 Термины, относящиеся к удобрениям	–	*
EN ISO 3696:1995 Вода для лабораторного анализа. Технические условия и методы испытаний (ISO 3696:1987)	–	*
* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного регионального стандарта. Перевод данного регионального стандарта находиться в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.		

Библиография

EN 1482-1	Fertilizers and liming materials. Sampling and sample preparation. Part 1. Sampling. (Удобрения и известковые материалы. Отбор проб и подготовка проб. Часть 1 - Приготовление образцов)
ISO 5725-1	Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 1: General principles and definitions. (Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Общие принципы и определения)
Regulation (EC) No 2003/2003	Regulation (EC) No 2003/2003 of the European Parliament and of the Council of 13 October 2003 relating to fertilisers, Official Journal L 304, 21/11/2003 P. 0001-0194, Annex IV, method 2.5. (Регламент (ЕС) № 2003/2003 Европейского парламента и совета от 13 октября 2003, относящийся к удобрениям, официальный журнал L 304, 21/11/2003 стр. 1-194, приложение IV, метод 2.5)

УДК 661.717.5;001.4.006.354 МКС 65.080 Л19

Ключевые слова: удобрения, химический анализ, определение, биурет, карбамид, методика, дистилляция, реактивы

Руководитель организации-разработчика
Генеральный директор
ОАО «ГИАП» С.А.Маковоз

Руководитель разработки
Главный специалист по стандартизации Г.А.Касаткина

Ответственный исполнитель И.Н.Денисова

gost.e-ecolog.ru