МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL ON STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ EN 15561— 2013

УДОБРЕНИЯ

Определение общего содержания азота в цианамиде кальция, содержащем нитраты

(EN 15561:2009, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

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 от 14 ноября 2013 г. № 44-2013)

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
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен европейскому региональному стандарту EN 15561:2009 «Fertilizers - Determination of total nitrogen in calcium cyanamide containing nitrates» (Удобрения. Определение общего содержания азота в цианамиде кальция, содержащем нитраты).

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

Перевод с английского языка (en).

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

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

Степень соответствия – идентичная (IDT).

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 1821-ст межгосударственный стандарт ГОСТ EN 15561—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

УДОБРЕНИЯ
Определение общего содержания азота в цианамиде кальция, содержащем нитраты

Fertilizers. Determination of total nitrogen in calcium cyanamide containing nitrates

Дата введения — 2015—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения общего азота в цианамиде кальция. Метод применим к цианамиду кальция, содержащему нитраты.

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные документы являются обязательными для применения в настоящем стандарте. Для датированных ссылок применяется только указанное издание, для недатированных ссылок последнее издание ссылочного документа (включая любые поправки).

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 и известковые материалы и почвоулучшители. Словарь. Часть 1. Основные термины)

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

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

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по EN 12944-1:1999 и EN 12944-2:1999.

4 Принцип

Восстановление нитратного азота до аммиака металлическим железом и раствором хлорида олова. Гидролиз в серной кислоте. Дистилляция аммиака из щелочного раствора, абсорбция в избытке титрованного раствора серной кислоты и обратное титрование титрованным раствором гидроксида натрия или калия.

5 Реактивы

5.1 Общие положения

Используют только реактивы признанной аналитической чистоты (ч.д.а.) и дистиллированную или деминерализованную воду, не содержащую диоксида углерода и всех азотистых соединений (степень чистоты 3 в соответствии с EN ISO 3696:1995).

5.2 Кислота серная, раствор концентрацией ρ = 1,84 г/мл.

5.3 Порошок железа, восстановленный в водороде.

5.4 Сульфат калия, ч.д.а., мелкораспыленный.

5.5 Кислота серная (для варианта a), раствор концентрацией c = 0,05 моль/л.

5.6 Титрованный раствор гидроксида натрия или калия (для варианта a), не содержащий карбоната, концентрацией c = 0,1 моль/л.

5.7 Кислота серная (для варианта b, см. п р и м е ч а н и е в 8.2), раствор концентрацией c = 0,1

моль/л.

5.8 Титрованный раствор гидроксида натрия или калия (для варианта b, см. примечание в 8.2), не содержащий карбоната, концентрацией c = 0,2 моль/л.

5.9 Кислота серная (для варианта c, см. примечание в 8.2), раствор концентрацией c = 0,25 моль/л.

5.10 Титрованный раствор гидроксида натрия или калия (для варианта c, см. примечание 8.2), не содержащий карбоната, концентрацией c = 0,5 моль/л.

5.11 Растворы индикаторов

5.11.1 Смешанный индикатор

Раствор А: растворяют 1 г метилового красного в 37 мл раствора гидроксида натрия концентрацией c = 0,1 моль/л и доводят до 1 л водой.

Раствор В: растворяют 1 г метиленового синего в воде и доведите водой до 1 л.

Смешивают один объем А с двумя объемами В.

Этот индикатор фиолетовый в кислом растворе, серый в нейтральном растворе и зеленый в щелочном растворе. Используют 0,5 мл (десять капель) этого раствора индикатора.

5.11.2 Раствор метилового красного индикатора

Растворяют 0,1 г метилового красного в 50 мл 95 %—ного этанола. Доливают до 100 мл водой и отфильтровывают, если необходимо. Данный индикатор может быть использован (четыре—пять капель) вместо указанного в 5.11.1.

5.12 Раствор хлорида олова

Растворяют 120 г $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ в 400 мл концентрированной соляной кислоты (ρ_{20} = 1,18 г/мл) и доводят до 1 л водой. Раствор должен быть совершенно чистым и приготовленным непосредственно перед использованием.

Обязательно проверяют восстанавливающую способность хлорида олова: растворяют 0,5 г $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ в 2 мл концентрированной соляной кислоты (ρ_{20} = 1,18 г/мл) и доводят до 50 мл водой. Затем добавляют 5 г сегнетовой соли (виннокислый калий-натрий), затем добавляют достаточное количество бикарбоната натрия, чтобы раствор стал щелочным, что определяется с помощью лакмусовой бумажки.

Оттитровывают раствором йода (I_2) концентрацией c = 0,05 моль/л в присутствии раствора крахмала в качестве индикатора.

1 мл раствора йода (I_2) концентрацией c = 0,05 моль/л соответствует 0,01128 г $SnCl_2 \cdot 2H_2O$.

Минимум 80 % общего представленного в растворе олова должно быть приготовлено в двухвалентной форме. Для титрования должно быть использовано минимум 35 мл раствора йода (I_2) концентрацией c = 0,1 моль/л.

5.13 Раствор гидроксида натрия, содержащий около 30 % - ного NaOH (ρ= 1,33 г/мл), не содержащий аммиака.

5.14 Титрованный раствор нитрата аммония

Взвешивают 2,5 г нитрата калия и 10,16 г сульфата аммония и помещают затем в мерную колбу вместимостью 250 мл. Растворяют в воде и доводят до 250 мл. 1 мл этого раствора содержит 0,01 г азота.

5.15 Гранулы пемзы, препятствующие бурлению, промытые в соляной кислоте и прокаленные.

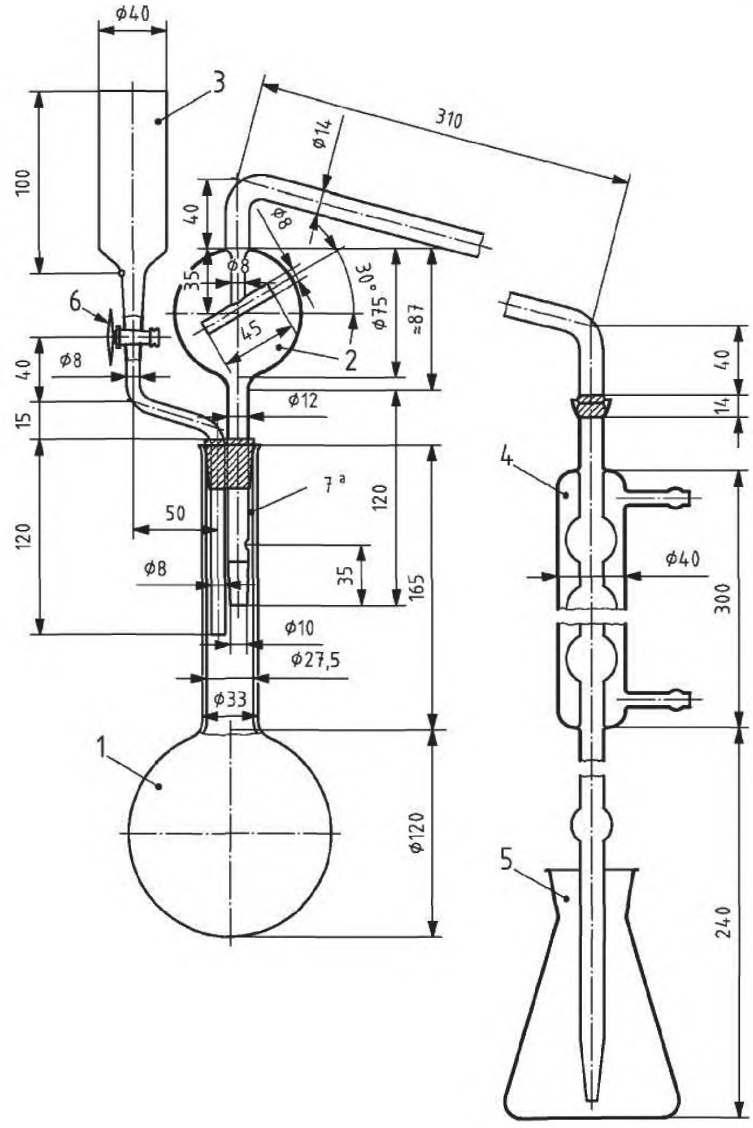
6 Аппаратура

6.1 Перегонные аппараты

Состоящий из круглодонной колбы подходящей вместимости, соединенной с холодильником дистилляционной трубкой с насадкой, предохраняющей от переброса перегоняемой жидкости. Оборудование изготовлено из боросиликатного стекла.

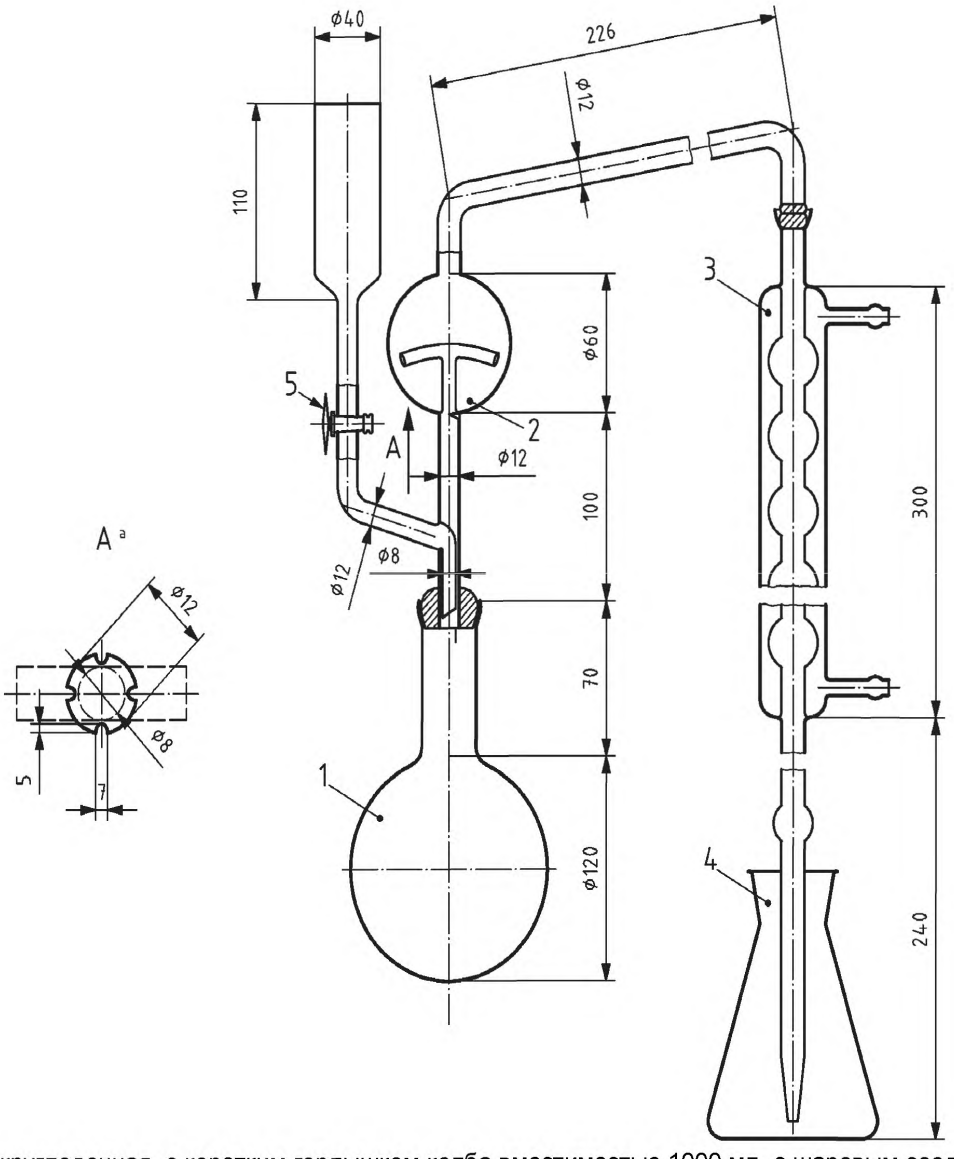
Примечание — Различные типы оборудования с изображением основных особенностей конструкции, рекомендованные для этого испытания, представлены на рисунках 1—4.

При условии статистической эквивалентности результатов, могут быть использованы автоматические перегонныеаппараты



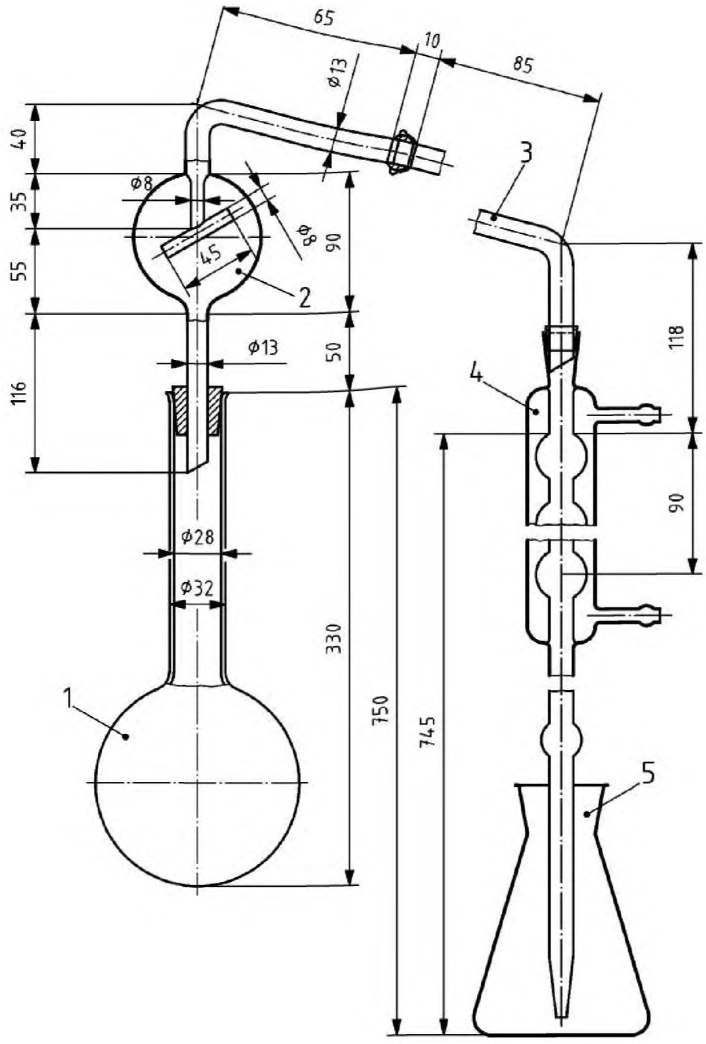
1—круглодонная колба с длинным горлышком вместимостью 1000 мл; *2*—дистилляционная трубка с насадкой, предохраняющей от переброса перегоняемой жидкости, соединенная с холодильником с помощью шарового соединения (№ 18) (шаровое соединение с холодильником может быть заменено соответствующим резиновым соединением); *3*—воронка с политетрафторэтиленовым (PTFE) вентилем (*6*) для добавления гидроксида натрия; *4*—холодильник (шесть шаров) с шаровым соединением (№ 18) на входе и присоединенная с помощью небольшого резинового соединения на выходе стеклянная удлинительная трубка (если присоединение дистилляционной трубки осуществляют с помощью резиновой трубки, шаровое соединение может быть заменено подходящей резиновой пробкой); *5*—колба вместимостью 500 мл, для сбора дистиллята; *6*—(PTFE) вентиль из политетрафторэтилена (кран также может быть заменен резиновым соединением с зажимом); а— щель

Рисунок 1 — Перегонный аппарат 1



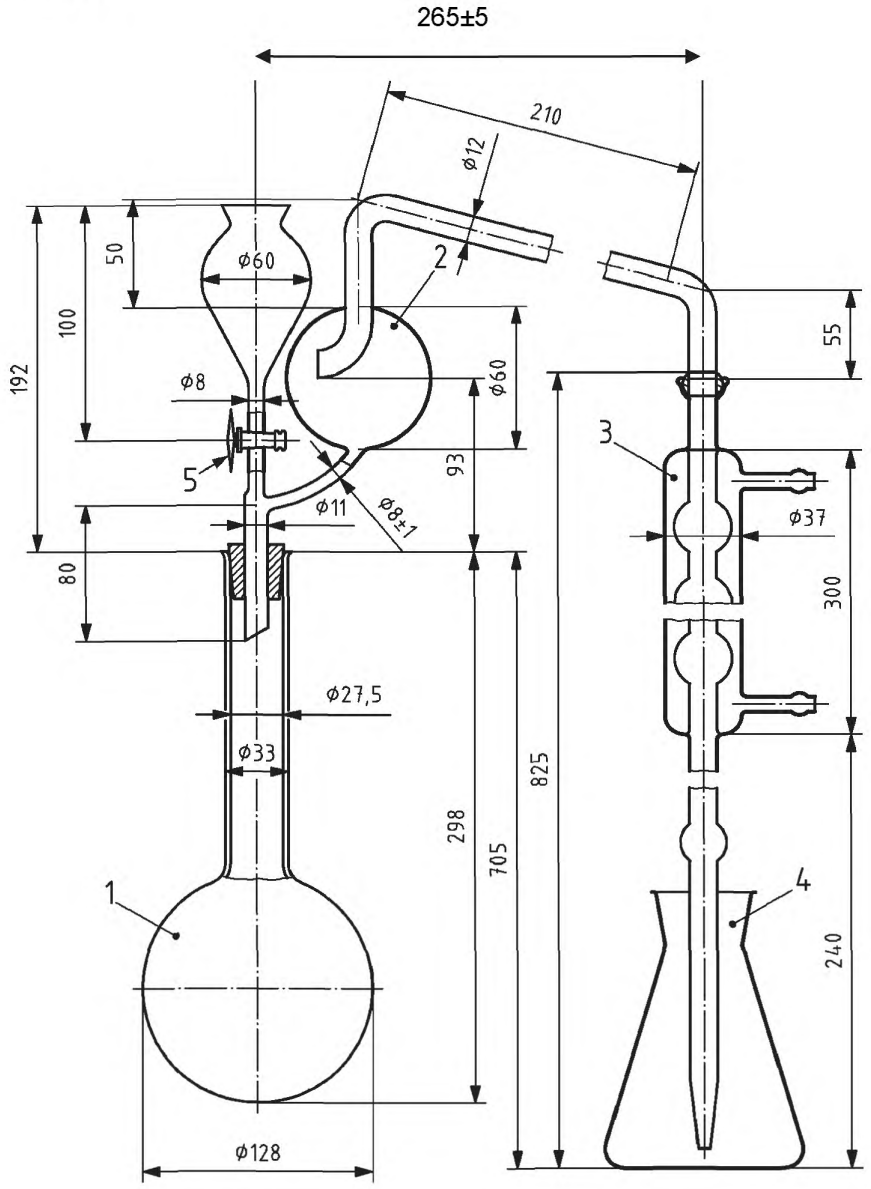
1—круглодонная, с коротким горлышком колба вместимостью 1000 мл с шаровым соединением (№ 35); *2*—дистилляционная трубка с насадкой, предохраняющей от переброса перегоняемой жидкости с шаровым соединением (№ 35) на входе и шаровым соединением (№ 18) на выходе, соединенная сбоку с воронкой с вентилем из политетрафторэтилена (PTFE) (*5*) для добавления гидроксида натрия; *3*—холодильник (шесть шаров) с шаровым соединением (№ 18) на входе и сопряженный на выходе с удлиненной стеклянной трубкой при помощи небольшого резинового соединения; *4*—колба вместимостью 500 мл для сбора дистиллята; *5*—(PTFE) вентиль из политетрафторэтилена (кран также может быть заменен резиновым соединением с зажимом); A[a] – расширенное описание

Рисунок 2 — Перегонный аппарат 2



1—круглодонная колба, с длинным горлышком вместимостью 750 мл или 1000 мл с расширением к горлышку; *2*—дистилляционная трубка с насадкой, предохраняющей от переброса перегоняемой жидкости, и шаровым соединением (№ 18) на выходе; *3*—изогнутая трубка с шаровым соединением (№ 18) на входе, и воронка для стекания капель (присоединение к дистилляционной трубке может быть осуществлено с помощью резиновой трубки вместо шарового соединения); *4*—холодильник (шесть шаров) соединенный на выходе со стеклянной трубкой с расширением к горлышку с помощью небольшого резинового соединения; *5*—колба вместимостью 500 мл, для сбора дистиллята

Рисунок 3 — Перегонный аппарат 3



1—круглодонная колба, с длинным горлышком вместимостью 1000 мл с расширением к горлышку; *2*—дистилляционная трубка с насадкой, предохраняющей от переброса перегоняемой жидкости с шаровым соединением (№ 18) на выходе, соединенная сбоку с воронкой политетрафторэтиленовым (PTFE) вентилем (*5*) для добавления гидроксида натрия (может быть использована подходящая резиновая пробка вместо шарнирного соединения; вентиль может быть заменен резиновым соединением с соответствующим зажимом); *3*—холодильник (шесть шаров) с шаровым соединением (№ 18) на входе, соединенный на выходе удлинительной стеклянной трубкой при помощи небольшого резинового соединения (если присоединение дистилляционной трубки осуществляют с помощью резиновой трубки, шаровое соединение может быть заменено подходящей резиновой пробкой); *4*—колба вместимостью 500 мл, для сбора дистиллята; *5*—политетрафторэтиленовый (PTFE) вентиль

Рисунок 4 — Перегонный аппарат 4

6.2 Колба Кьельдаля с длинным горлышком и подходящей вместимости.
6.3 Пипетки, вместимостью 50, 100 и 200 мл.
6.4 Мерная колба вместимостью 250 мл.

7 Отбор проб и пробоподготовка

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

Пробоподготовка осуществляется в соответствии с EN 1482-2.

8 Проведение испытания

8.1 Подготовка раствора

Взвешивают с точностью до 0,001 г 1 г образца и помещают его в колбу Кьельдаля. Добавляют 0,5 г порошка железа (5.3) и 50 мл раствора хлорида олова (5.12), перемешивают и оставляют стоять в течение 0,5 ч. Еще раз перемешивают через 10 и 20 мин. Затем добавляют 10 г сульфата калия (5.4) и 30 мл серной кислоты (5.2). Доводят до кипения и поддерживают кипение в течение 1 ч после появления белого дыма. Оставляют охлаждаться и разбавляют 100—150 мл воды. Переносят количественно эмульсию в градуированную колбу вместимостью 250 мл, охлаждают и доливают объем водой, размешивают и отфильтровывают через сухой фильтр в сухую емкость. Вместо последующей откачки суспензии в порядке, установленном в вариантах a, b или c, аммонийный азот в этом растворе также может быть дистиллирован непосредственно после добавления достаточного гидроксида натрия для обеспечения большого избытка (5.13).

8.2 Испытание раствора

В соответствии с выбранным вариантом помещают в приемную колбу измеренное количество титрованной серной кислоты в качестве индикатора, как указано в таблицах 1, 2, 3. Добавляют соответствующее количество раствора выбранного индикатора (5.11.1 или 5.11.2) и, если необходимо, воды для получения объема не менее 50 мл. Конец удлиненной трубки холодильника должен быть ниже поверхности раствора.

Переносят пипеткой в соответствии с выбранным вариантом 50, 100 или 200 мл полученного раствора, как описано в 8.1, и отгоняют аммиак, как описано ниже, добавив достаточное количество раствора NaOH (5.13), чтобы обеспечить значительный избыток. Добавляют воду, чтобы получить общий объем около 350 мл, и несколько гранул пемзы, чтобы контролировать кипение.

Собирают дистилляционный аппарат таким образом, чтобы избежать потери аммиака, добавляют к содержимому перегонной колбы 10 мл концентрированного раствора гидроксида натрия (5.13). Постепенно нагревают колбу, чтобы избежать энергичного бурления. Когда начнется кипение, дистиллируют со скоростью около 100 мл 10—15 мин; общий объем дистиллята должен быть около 250 мл. Холодильник должен регулироваться так, чтобы обеспечивать непрерывный поток конденсата. Дистилляция должна быть завершена за 30—40 мин. Если, выделение аммиака прекратилось, опускают приемную колбу так, чтобы удлинительная трубка холодильника находилась над поверхностью жидкости.

Проводят последующую перегонку с помощью соответствующего реагента, чтобы гарантировать полную дистилляцию всего аммиака. Промывают удлинительную трубку холодильника небольшим количеством воды и оттитровывают избыток кислоты титрованным раствором гидроксида натрия или калия, установленным для принятого варианта (см. п р и м е ч а н и е).

П р и м е ч а н и е — Титрованные растворы различной концентрации могут быть использованы для обратного титрования при условии, что объемы, используемые для титрования, насколько это возможно, не превышают 45 мл.

Таблица 1 — Взвешивание, разбавление и вычисление, вариант a

Заявленное содержание *N*, %	Количество, которое необходимо взвесить, г	Разбавление, мл	Раствор образца, который будет перегнан, мл	Выражение результата [a] *N* = (*50-A*)*F*
От 0 до 5	10	500	50	(50 - *A*) · 0,14
От 5 до 10	10	500	25	(50 - *A*) · 0,28
От 10 до 15	7	500	25	(50 - *A*) · 0,40
От 15 до 20	5	500	25	(50 - *A*) · 0,56
От 20 до 40	7	500	10	(50 - *A*) · 1,00
Ориентировочное максимальное количество азота, которое будет перегнано: 50 мг. Серная кислота *c*=0,05 моль/л, которая должна быть размещена в приемной колбе: 50 мл. Обратное титрование NaOH или KOH *c*=0,1 моль/л.				
[a] *N* = (50-*A*)*F* где: 50— объем титрованного раствора серной кислоты, которая должна быть размещена в приемной колбе, мл; *A*— объем раствора гидроксида натрия или калия, используемого для обратного титрования, мл; *F* —коэффициент, включающий взвешенное количество, разбавление, аликвотную часть раствора образца, который будет перегнан, и объемный эквивалент.				

Таблица 2 — Взвешивание, разбавление и вычисление, вариант b

Заявленное содержание *N*, %	Количество, которое необходимо взвесить, г	Разбавление, мл	• Раствор образца, который будет перегнан, мл	Выражение результата [a] *N* = (*50-A*)*F*
От 0 до 5	10	500	• 100	(50 - *A*) · 0,14
От 5 до 10	10	500	• 50	(50 - *A*) · 0,28
От 10 до 15	7	500	• 50	(50 - *A*) · 0,40
От 15 до 20	5	500	• 50	(50 - *A*) · 0,56
От 20 до 40	7	500	• 20	(50 - A) · 0,100
Ориентировочное максимальное количество азота, которое будет перегнано: 100 мг. Серная кислота *c*=0,01 моль/л, которая должна быть размещена в приемной колбе: 50 мл. Обратное титрование NaOH или KOH *c*=0,2 моль/л.				
[a] *N* = (50-*A*)*F*, где: 50 — объем титрованного раствора серной кислоты, которая должна быть размещена в приемной колбе, мл; A — объем раствора гидроксида натрия или калия, используемого для обратного титрования, мл; *F* — коэффициент, включающий взвешенное количество, разбавление, аликвотную часть раствора образца, который будет перегнан, и объемный эквивалент.				

Таблица 3 — Взвешивание, разбавление и вычисление, вариант с

Декларируемое содержание *N*, %	Количество, которое должно быть взвешено, г	Разбавление, мл	Раствор образца, который должен быть отогнан, мл	Выражение результата [a] *N* = (35 - *A*) *F*
От 0 до 5	10	500	200	(50 - *A*) · 0,175
От 5 до 10	10	500	100	(50 - *A*) · 0,350
От 10 до 15	7	500	100	(50 - *A*) · 0,500
От 15 до 20	5	500	100	(50 - *A*) · 0,700
От 20 до 40	5	500	50	(50 - *A*) · 0,400
Приблизительное максимальное количество азота, которое должно быть отогнано: 200 мг. Серная кислота с=0,25 моль/л, которая должна быть помещена в приемную колбу: 35 мл. Обратное титрование с NaOH или KOH *c*= 0,5 моль/л.				

[a] *N* = (50-*A*)*F*,
где: 35 — объем титрованного раствора раствора серной кислоты, который должен быть помещен в приемной колбе, мл;
A— объем раствора гидроксида натрия или калия, используемый для обратного титрования, мл;
F— коэффициент, включающий общий вес, разбавление, аликвотную часть раствора образца, который будет перегнан, и объемный эквивалент.

8.3 Холостой опыт

Проводят холостое испытание (исключая образец) при тех же условиях и используют его в расчетах окончательного результата.

8.4 Контрольное испытание

Перед проведением испытания проверяют, чтобы аппаратура работала исправно и использовалась правильная методика с использованием титрованного раствора, содержащего количество аммонийного и нитратного азота, соизмеримые с количеством цианамидного и нитратного азота, содержащегося в нитрате цианамида кальция.

Для этой цели помешают 20 мл титрованного раствора (5.14) в колбу Кьельдаля.

Проводят испытание в соответствии с методом, описанным в 8.1 и 8.2.

9 Вычисление и выражение результатов

Вычисляют содержание *N* как процент массовой доли в удобрении, полученный при испытании в соответствии с таблицей 1 для варианта a, таблицей 2 для варианта b и таблицей 3 для варианта c.

10 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать, как минимум, следующую информацию:

a) всю информацию, необходимую для полной идентификации образца;

b) используемый метод испытания со ссылкой на настоящий стандарт;

c) полученные результаты испытаний, выраженные в виде массовой доли общего азота в удобрении, в процентах;

d) дату отбора проб и пробоподготовки (если известно);

e) дату окончания испытания;

f) все подробности операций испытания, не указанные в настоящем стандарте или рассматриваемые как необязательные, а также сведения о любых случаях, которые произошли во время выполнения метода, которые могут повлиять на результат(ы) испытания.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным европейским региональным стандартам.

Т а б л и ц а 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	EN 1482-1, Fertilizers and liming materials — Sampling and sample preparation — Part 1: Sampling (Удобрения и известковые материалы. Отбор и подготовка проб. Часть 1. Отбор проб)
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. 1—194, Annex IV, method 2.3.2.9. (Регламент Европейского Парламента и Совета № 2003/2003/ЕС «Об удобрениях» от 13 октября 2003, Официальный журнал L 304, 21/11/2003 г., с. 1—194, приложение IV, метод 2.3.2.0)

УДК 631.82.546.17.06:006.354 МКС 65.080 IDT

Ключевые слова: удобрения, химический анализ, реактивы, аппаратура, дистилляция, азот, цианамид кальция

Подписано в печать 01.09.2014. Формат 60х84 1/8.
Усл. печ. л. 1,86. Тираж 35 экз. Зак. 3473.

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