МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

**ГОСТ EN 15478— 2013**

# УДОБРЕНИЯ

## Определение общего содержания азота в карбамиде

**(EN 15478:2009, 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 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 1820-ст межгосударственный стандарт ГОСТ EN 15478-2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 01 января 2015 г.

5 Настоящий стандарт соответствует европейскому региональному стандарту EN 15478:2009 «Fertilizers - Determination of total nitrogen in urea» (Удобрения. Определение общего содержания азота в карбамиде).

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).

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 карбамиде

Fertilizers. Determination of total nitrogen in urea

**Дата введения — 2015—01—01**

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения общего азота в карбамиде. Настоящий метод применяется исключительно к карбамидным удобрениям, не содержащим нитраты.

## 2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные документы обязательны при применении в нашем стандарте. 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 и 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 и 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 требования и методы испытаний (ISO 3696:1987)

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 Термины и определения

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

## 4 Принципы

Карбамид количественно переводится в аммиак кипячением в присутствии серной кислоты. Аммиак, полученный таким образом, дистиллируется из щелочной среды, дистиллят собирается в избытке титрованного раствора серной кислоты. Избыток кислоты титруется титрованным раствором щелочи.

## 5 Реактивы

### 5.1 Общие принципы

Используют только реактивы признанной аналитической степени чистоты (ч.д.а.) и дистиллированную или деминерализованнную воду, без содержания оксида углерода и всех азотных соединений (степень чистоты 3-я в соответствии с EN ISO 3696:1995).

### 5.2 Таблетки Кьельдаля

Таблетки массой 5 г, содержащие 100 частей $K_2SO_4$ на одну часть селена.

5.3 Кислота серная, концентрированная ($\rho_{20}$=1,84 г/мл).

5.4 Раствор гидроксида натрия, с примерной концентрацией NaOH 500 г/л.

5.5 Кислота серная, раствор концентрацией *c*=0,05 моль/л, для использовании в холостом испытании.

5.6 Раствор гидроксида натрия или калия, без содержания оксидов углерода, концентрацией *c*=0,1 моль/л, для использования в холостом испытании.

5.7 Кислота серная, раствор концентрацией *c*=0, 5 моль/л.

5.8 Раствор гидроксида натрия или калия, без содержания оксидов углерода, концентрацией *c*=1,0 моль/л.

### 5.9 Растворы индикаторов

#### 5.9.1 Индикатор смешанный

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

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

Смешивают один объем раствора А и два объема раствора В.

Данный индикатор фиолетовый в кислом растворе, серый в нейтральном растворе и зеленый в щелочном растворе; используют 0,5 мл (10 капель).

#### 5.9.2 Раствор метилового красного индикатора

Растворяют 0,1 г метилового красного в 50 мл 95-процентногоного этанола и доводят до 100 мл водой. При необходимости фильтруют. Данный индикатор (четыре-пять) может использоваться вместо предыдущего. Индикатор красный в кислом растворе и оранжевый в щелочном растворе.

5.10 Гранулы, препятствующие бурлению, например, пемза, промытая в соляной кислоте и прокаленная.

5.11 Карбамид, ч.д.а.

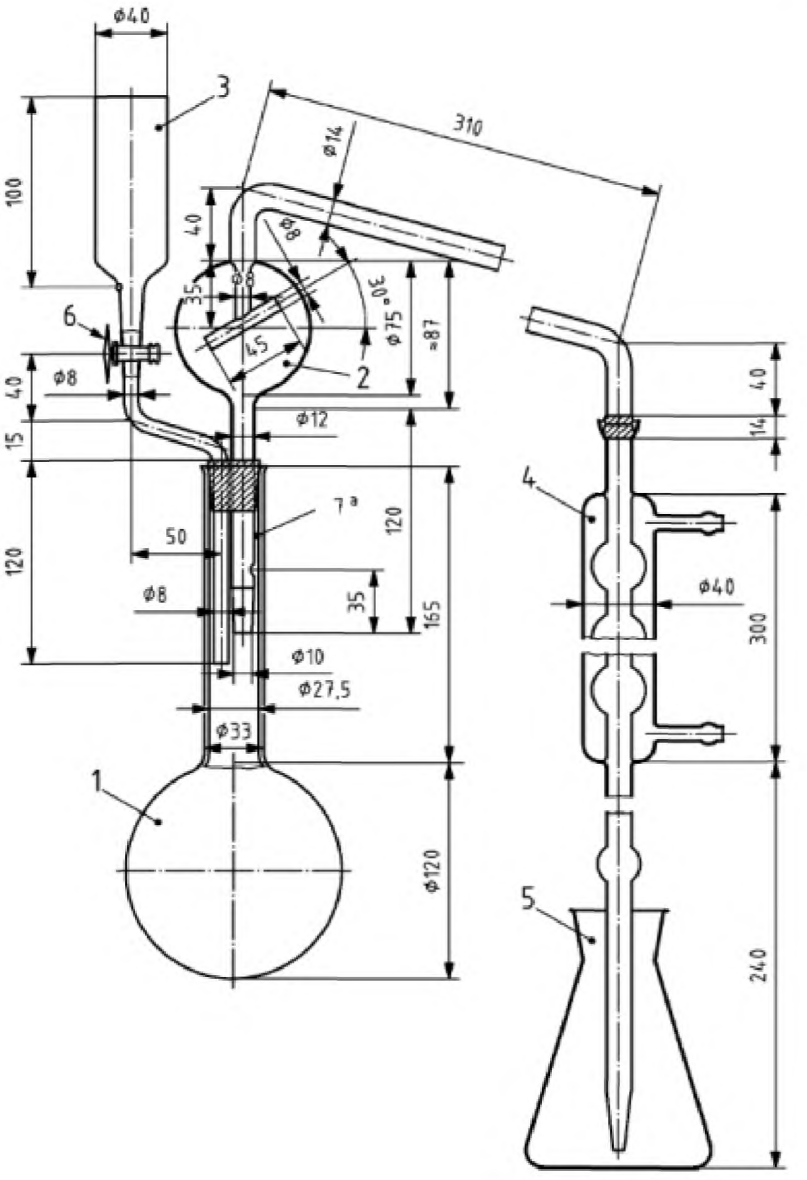
## 6 Аппаратура

### 6.1 Перегонный аппарат

Состоящий из круглодонной колбы, подходящей вместимости, соединенной с холодильником при помощи насадки, предохраняющей от переброса перегоняемой жидкости. Оборудование сделано из боросиликатного стекла.

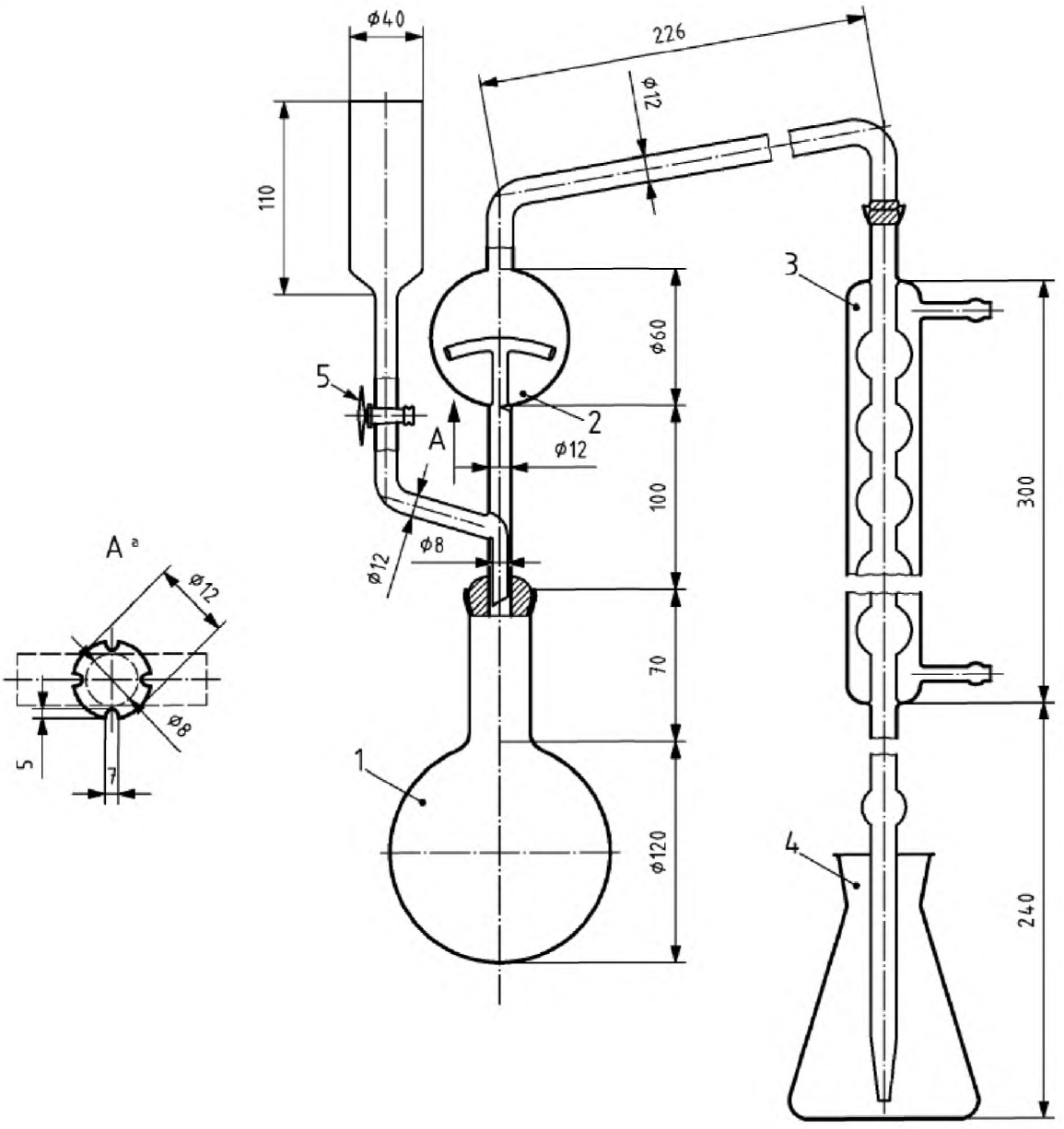
Примечание – Различные виды оборудования с изображением основных особенностей конструкции, рекомендованные для данного определения, представлены на рисунках 1 – 4.

При условии статистической эквивалентности результатов, могут быть использованы автоматические перегонные аппараты.



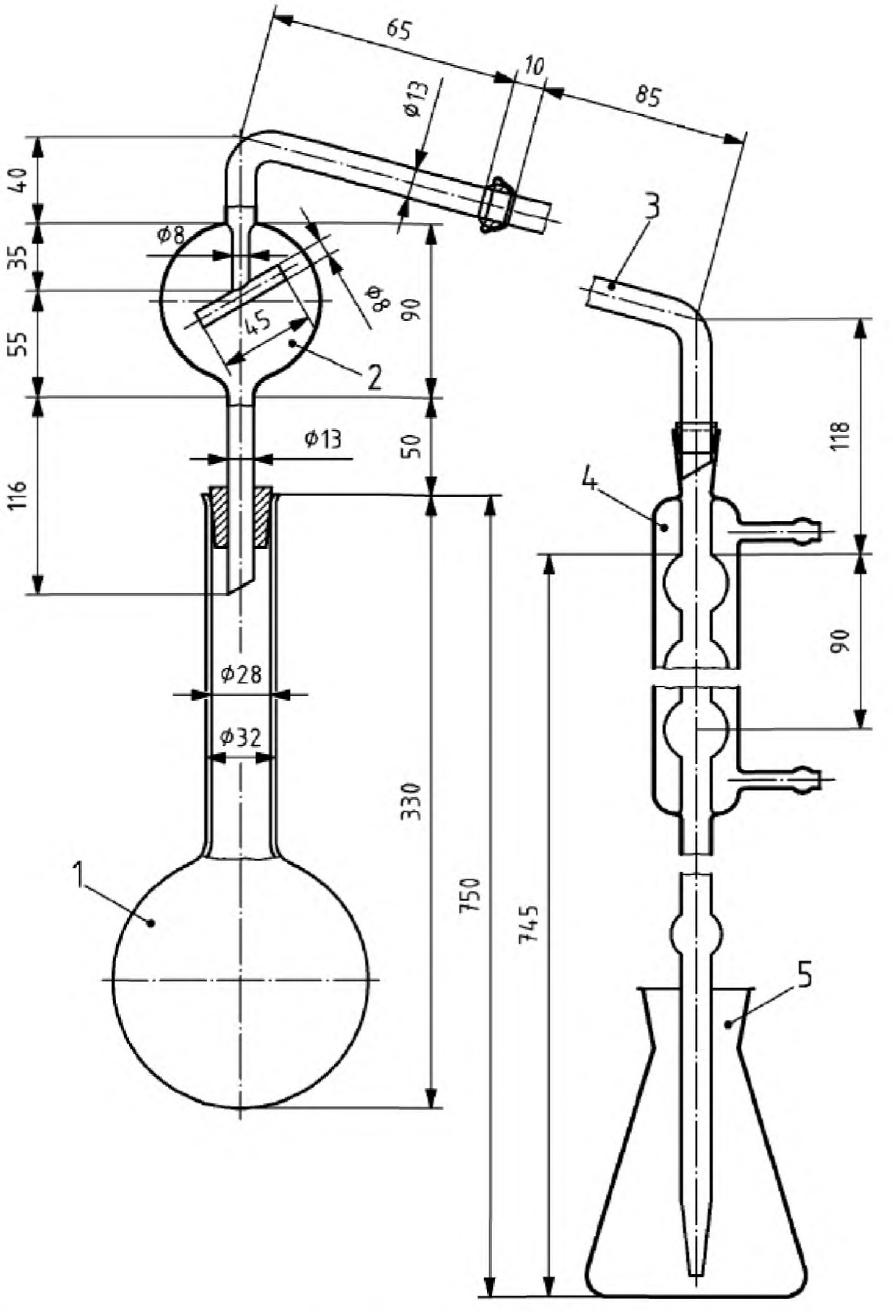

*1*—круглодонная колба с длинным горлом вместимостью 1000 мл; *2*—дистилляционная трубка с насадкой, предохраняющей от переброса перегоняемой жидкости, соединенная с холодильником при помощи шарового соединения (№ 18) (шаровое соединение для соединения конденсатора может быть заменено подходящим резиновым соединением); *3*—воронка с вентилем из политетрафторэтилена (PTFE) (6) для добавления гидроксида натрия; *4*—холодильник (шесть шаров) с шаровым соединением (№ 18) на входе, подсоединенный на выходе к стеклянной удлинительной трубке при помощи небольшого резинового соединения (если соединение дистилляционной трубки осуществляется при помощи резиновой трубки, сферическое соединение может быть заменено подходящей резиновой втулкой); *5*—колба вместимостью 500 мл для сбора дистиллята; *6*— вентиль из политетрафторэтилена (PTFE) (вентиль также может быть заменен резиновым соединением с зажимом); *7*[a]— щель

Рисунок 1 – Перегонный аппарат 1



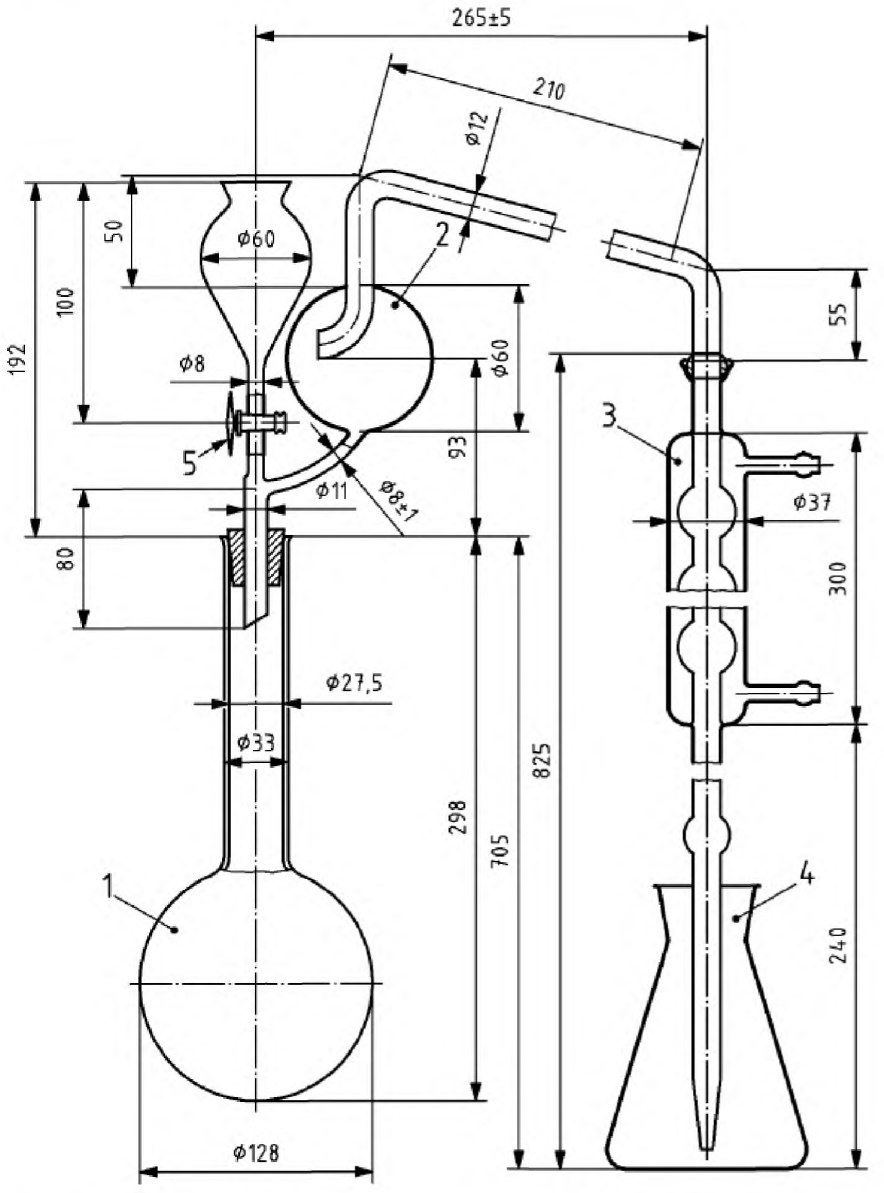

*1*—круглодонная колба с коротким горлом вместимостью 1000 мл с шаровым соединением (№ 35); *2*—дистилляционная трубка с насадкой, предохраняющей от переброса перегоняемой жидкости, с шаровым соединением (№ 35) на входе и шаровым соединением (№ 18) на выходе, соединенная сбоку с воронкой с вентилем из политетрафторэтилена (PTFE) (5) для добавления гидроксида натрия; *3*—холодильник (шесть шаров) с шаровым соединением (№ 18) на входе, подсоединенный на выходе к стеклянной удлинительной трубке при помощи небольшого резинового соединения; *4*—колба вместимостью 500 мл для сбора дистиллята; *5*—(PTFE) вентиль из политетрафторэтилена; A[a]— расширенное описание

Рисунок 2 – Перегонный аппарат 2




*1*—круглодонная колба с длинным горлом вместимостью 750 мл или 1000 мл с расширенным концом; *2*—дистилляционная трубка с насадкой, предохраняющая от переброса перегоняемой жидкости, с шаровым соединением (№ 18) на выходе; *3*—коленчатая трубка с шаровым соединением (№ 18) на входе и капельном конусе (Соединение дистилляционной трубки может быть осуществлено при помощи резиновой трубки вместо шарового соединения); *4*—холодильник (шесть шаров), подсоединенный на выходе к стеклянной удлинительной трубке при помощи небольшого резинового соединения; *5*—колба вместимостью 500 мл для сбора дистиллята

Рисунок 3 – Перегонный аппарат 3




*1*—круглодонная колба с длинным горлом вместимостью 1000 мл с расширенным концом; *2*—дистилляционная трубка с насадкой, предохраняющей от переброса перегоняемой жидкости, с шаровым соединением (№ 18) на выходе, подсоединенная сбоку к воронке с вентилем из политетрафторэтилена (PTFE) (5) для добавления гидроксида натрия (подходящая резиновая втулка может быть использована вместо шарового соединения); *3*—холодильник (шесть шаров) с шаровым соединением на входе, подсоединенный при помощи резинового соединения на выходе к стеклянной удлинительной трубке (если соединение дистилляционной трубки осуществляется при помощи резиновой трубки, сферическое соединение может быть заменено подходящей резиновой втулкой); *4*—колба вместимостью 500 мл для сбора дистиллята; *5*—вентиль из политетрафторэтилена (PTFE) (вентиль также может быть заменен резиновым соединением с зажимом)

Рисунок 4 – Перегонный аппарат 4

6.2 Мерная колба вместимостью 500 мл

## 7 Отбор и подготовка пробы

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

Подготовку проб следует проводить в соответствии EN 1482-2.

## 8 Проведение испытания

### 8.1 Приготовление раствора

Взвешивают, с точностью до 0,001 г, примерно 500 мг подготовленного образца и переносят вместе с 10 мл деминирализованной воды в колбу Кьельдаля вместимостью 800 мл. При осторожном помешивании, образуя водоворот, добавляют 30 мл серной кислоты (5.3) и одну таблетку Кьельдаля (5.2).

### 8.2 Анализ раствора

#### 8.2.1 Этап разложения

Помещают колбу Кьельдаля в вытяжной шкаф. Ставят на нагревательный прибор и нагревают до кипения, с добавлением 250 мл воды при температуре 25 °С к начинающей кипеть жидкости на 20—30 мин.

Продолжают нагревать колбу и содержимое в течение 1 ч, до тех пор, пока плотные белые пары серной кислоты не будут испаряться в течение как минимум 15 мин. Дают колбе остыть до 25 °С.

#### 8.2.2 Этап дистилляции

Измеряют и добавляют в приемную коническую колбу Эрленмейера, вместимостью 500 мл, 30,00 мл раствора серной кислоты концентрацией 0,5 моль/л (5.7). Добавляют 270 мл воды и добавляют четыре или пять капель раствора индикатора (5.9) и помещают колбу Эрленмейера таким образом, чтобы конец направляющей трубки был как минимум на 3 см ниже поверхности жидкости. Добавляют 250 мл воды в колбу Кьельдаля и несколько гранул пемзы (5.10), чтобы контролировать кипение.

Присоединяют дистилляционный аппарат, обращая внимание на то, чтобы избежать потери аммиака, осторожно добавляют к содержимому колбы Кьельдаля 120 мл раствора гидроксида натрия (5.4). Взбалтывают колбу, чтобы тщательно перемешать компоненты. Начинают нагревать, постепенно увеличивая скорость нагревания до оживленного кипения содержимого колбы.

Основное количество аммиака вытесняется в течение 15 мин. Продолжают дистилляцию до сбора 150 мл дистиллята. Затем опускают приемник колбы Эрленмейера так, чтобы направляющая трубка не входила в жидкость, и продолжают дистилляцию в течение еще нескольких минут. Промывают наружную часть направляющей трубки небольшим количеством воды, сливая воду в колбу Эрленмейера. Проводят обратное титрование избытка кислоты раствором гидроксида натрия концентрацией 1,0 моль/л до нейтрального цвета индикатора.

### 8.3 Холостое определение

Одновременно проводят холостое испытание, используя то же оборудование и те же количества реагентов и воды, но без добавления испытуемой навески, и используя 20,00 мл раствора серной кислоты концентрацией 0,05 моль/л (5.5) и проводя обратное титрование раствором гидроксида натрия, концентрацией 0,1 моль/л (5.6).

### 8.4 Контрольное испытание

Перед проведением испытания убедитесь, что оборудование работает исправно и что используется правильная методика, с использованием аликвотной части свежеподготовленного раствора карбамида (5.11).

## 9 Вычисление и запись результатов

Результат испытания записывают как процент азота (*N*), содержащийся в удобрении, полученный при испытании. Рассчитывают массовую долю общего азота $w_N$, в процентах, по следующей формуле:

$$w_N = \frac{(30 \cdot t_1 \cdot 2 - V_1 \cdot t_2) - (20 \cdot t_3 \cdot 2 - V_2 \cdot t_4) \cdot 14 \cdot 100}{m},$$

где 30 – объем в миллилитрах раствора серной кислоты концентрацией 0,5 моль/л (5.7);

20 – объем в миллилитрах раствора серной кислоты концентрацией 0,05 моль/л (5.5);

$V_1$ – объем в миллилитрах раствора гидроксида натрия концентрацией 1,0 моль/л (5.8), использованного для определения;

$V_2$ – объем в миллилитрах раствора гидроксида натрия концентрацией 0,1 моль/л (5.6), использованного для холостого испытания;

$t_1$–титр $H_2SO_4$ 0,5 моль/л;

$t_2$ –титр NaOH 1,0 моль/л;

$t_3$ –титр $H_2SO_4$ 0,05 моль/л;

$t_4$ –титр NaOH 0,1 моль/л;

$m$ – масса, в миллиграммах, образца, взятого для определения.

## 10 Прецезионность

### 10.1 Межлабораторное испытание

Межлабораторное испытание проводилось в 2004 г. при участии 19 лабораторий с одним образцом карбамида. Данное испытание предоставило данные, приведенные в Приложении А. Повторяемость и воспроизводимость были рассчитаны в соответствии с ISO 5725-1.

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

### 10.2 Повторяемость

Абсолютная разница между двумя независимыми результатами испытания, полученными 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 $r$, данный в таблице 1.

### 10.3 Воспроизводимость

Абсолютная разница между двумя независимыми результатами испытания, полученными 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 $R$, данный в приложении А.

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

| Образец | $\bar{x}$, % | $r$, % | $R$, % |
|---|---|---|---|
| Карбамид | 46,26 | 0,24 | 0,74 |

## 11 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 общего азота в удобрении, %;

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

e) дату завершения испытания;

f) выполнены ли требования к пределу повторяемости;

g) все подробности операций испытания, 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» CEN/TC 260 «Удобрения и известковые материалы» в межлабораторном испытании, оцененная по ISO 5725-1. Статистические результаты приведены в таблице А.1.

Таблица А.1

| Параметры | Образец |
|---|---|
| | Карбамид |
| Число участвующих лабораторий | 19 |
| Число лабораторий после учета промахов (принятые результаты испытания) | 16 |
| Среднее значение $\bar{x}$, % | 46,26 |
| Стандартное отклонение повторяемости $S_r$, % | 0,11 |
| Относительное стандартное отклонение повторяемости RSD$r$, % | 0,30 |
| Предел повторяемости $r$, % | 0,24 |
| Стандартное отклонение воспроизводимости $S_R$,% | 0,27 |
| Относительное стандартное отклонение воспроизводимости $RSD_R$, % | 0,57 |
| Предел воспроизводимости $R$, % | 0,74 |

**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


[1] 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)

[2] 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)

[3] 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 2.3.3 (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 2.3.3)

УДК 631.82:546.17.06:006.354 МКС 65.080

Ключевые слова: удобрения, химический анализ, азот, карбамид, методика, дистилляция, вычисление, соответствие

Подписано в печать 01.11.2014. Формат 60x84 1/8.

Усл. печ. л. 1,86. Тираж 37 экз. Зак. 4448.

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