ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 22241-2— 2012

ДВИГАТЕЛИ ДИЗЕЛЬНЫЕ. ВОССТАНОВИТЕЛЬ ОКСИДОВ АЗОТА AUS 32

Часть 2

Методы испытаний

ISO 22241-2:2006
Diesel engines — NO_x reduction agent AUS 32 — Part 2: Test methods (IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2013

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0 — 2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 060 «Химия»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 июня 2012 г. № 129-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 22241-2:2006 «Двигатели дизельные. Восстановитель оксидов азота AUS 32. Часть 2. Методы испытаний» (ISO 22241-2:2006 «Diesel engines — NO_x reduction agent AUS 32 — Part 2: Test methods»), включая техническую поправку Cor 1:2008. Техническая поправка к указанному международному стандарту, принятая после его официальной публикации, внесена в текст настоящего стандарта и выделена двойной вертикальной линией, расположенной на полях слева от соответствующего текста, а обозначение и год принятия технической поправки приведены в скобках после соответствующего текста.

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации и межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом 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, 2013

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 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Технические характеристики 1
4 Отбор проб 2
5 Прецизионность и спорные случаи 2
Приложение A (обязательное) Отбор проб 3
Приложение B (обязательное) Определение массовой доли карбамида по общему азоту 5
Приложение C (обязательное) Определение показателя преломления и массовой доли карбамида по показателю преломления 7
Приложение D (обязательное) Определение щелочности 9
Приложение E (обязательное) Определение массовой доли биурета 11
Приложение F (обязательное) Определение массовой концентрации альдегидов 14
Приложение G (обязательное) Определение массовой концентрации нерастворимого остатка гравиметрическим методом 16
Приложение H (обязательное) Определение массовой концентрации фосфатов фотометрическим методом 18
Приложение I (обязательное) Определение массовой концентрации микроэлементов (Al, Ca, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Na, Ni, Zn) методом оптико-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой (ICP-OES) 21
Приложение J (обязательное) Определение идентичности образцов методом инфракрасной спектроскопии (FTIR) 25
Приложение K (справочное) Точность методов испытаний 27
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам) 28
Библиография 29

Введение

Для защиты окружающей среды и поддержания качества воздуха на максимально возможном уровне в мире должно значительно усиливаться регулирование выбросов выхлопных газов. В автотранспортных средствах с дизельными двигателями главную проблему представляет выброс твердых частиц (PM) и оксидов азота (NO_x), поэтому многие работы направлены на развитие технологии, которая может эффективно снизить выбросы с минимальным ущербом для экономии топлива. Преобразователи на селективном каталитическом восстановлении (SCR) при помощи раствора карбамида как восстановителя считаются ключевой технологией снижения выбросов NO_x.

Чтобы гарантировать надежную и стабильную работу системы SCR преобразователей, необходимо определить требования к качеству раствора карбамида, используемого для этой технологии. Серия стандартов ИСО 22241 предоставляет спецификации характеристик качества, обращения, транспортирования и хранения, способы перезаправки, а также методы испытания, требуемые изготовителями автотранспортных средств и двигателей, изготовителями преобразователей, производителями и поставщиками раствора мочевины и владельцами автотранспортного парка.

Раствор карбамида, соответствующий ИСО 22241-1, доступен на рынке, например, под зарегистрированной торговой маркой AdBlue®. ИСО не занимает никакой позиции по отношению к подтверждению, проверке и области прав этой торговой марки.

Лицензиат торговой марки AdBlue® заявляет о соответствии с требованиями настоящего стандарта.

Владелец данной торговой марки уверил ИСО, что он готов продавать лицензию на разумных и недискриминирующих условиях покупателям во всем мире. В этом отношении заявление владельца торговой марки зарегистрировано ИСО. Информацию можно получить по следующему адресу:

VDA – Verband der Automobilindustrie e.V.

60325 Франкфурт-на-Майне

Германия

Данная информация дана для удобства пользователей настоящего стандарта и не подразумевает перехода прав на торговый знак.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ДВИГАТЕЛИ ДИЗЕЛЬНЫЕ. ВОССТАНОВИТЕЛЬ ОКСИДОВ АЗОТА AUS 32

Часть 2

Методы испытаний

Diesel engines. NO_x reduction agent AUS 32.
Part 2. Test methods

Дата введения — 2013 — 07— 01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы испытаний, требуемые для определения характеристик качества восстановителя оксидов азота AUS 32 (водного раствора карбамида) (далее — AUS 32), предусмотренные в ИСО 22241-1.

В остальных частях ИСО 22241 термин «восстановитель оксидов азота AUS 32» будет сокращен до «AUS 32».

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие международные стандарты*:

ИСО 22241-1 Двигатели дизельные. Восстановитель оксидов азота AUS 32. Часть 1. Требования к качеству (ISO 22241-1, Diesel engines — NO_x reduction agent AUS 32 — Part 1: Quality requirements)

ИСО 3675 Нефть сырая и жидкие нефтепродукты. Лабораторное определение плотности. Метод с применением ареометра (ISO 3675, Crude pertroleum and liquid petroleum products — Laboratory determination of density — Hydrometer method)

ИСО 3696 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний (ISO 3696, Water for analytical laboratory use — Specification and test methods)

ИСО 4259 Нефтепродукты. Определение и применение данных прецизионности в отношении методов испытания (ISO 4259, Petroleum products — Determination and application of precision data in relation to methods of test)

ИСО 12185 Нефть сырая и нефтепродукты. Определение плотности. Метод с применением осциллирующей U-образной трубки (ISO 12185, Crude petroleum and petroleum products — Determination of density — Oscillating U-tube method)

3 Технические характеристики

Соответствие предельным значениям, установленным в ИСО 22241-1 (таблица 1), должно быть подтверждено методами испытаний, приведенными в приложениях B—J настоящего стандарта.

Определение плотности проводят в соответствии с ИСО 3675 или ИСО 12185.

* Для датированных ссылок используют только указанное издание стандарта. В случае недатированных ссылок — последнее издание стандарта, включая все изменения и поправки.

Издание официальное

4 Отбор проб

Пробы должны быть отобраны в соответствии с приложением А.

5 Прецизионность и спорные случаи

5.1 Общие указания

Прецизионность всех методов испытаний настоящего стандарта оценивается в соответствии с ИСО 4259. В спорных случаях следует использовать методы по ИСО 4259 и оценку результатов, основанную на прецизионности метода испытаний.

Прецизионность метода испытаний, определенная статистической проверкой в соответствии с ИСО 4259, указана в приложениях В—J. В дополнение данная информация по всем методам обобщена в приложении К для удобства пользователя настоящего стандарта.

Статистические значения прецизионности по настоящему стандарту в общем определены в 5.2 и 5.3, где «xx (единица измерения)» означает повторяемость и воспроизводимость.

5.2 Повторяемость *r*

Расхождение между двумя результатами испытаний, полученными одним оператором на одном и том же оборудовании при постоянных условиях работы на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном проведении испытаний, может превышать определенное значение xx (единица измерения) только в одном случае из 20.

5.3 Воспроизводимость *R*

Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами испытания, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях, на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном проведении испытании, может превышать определенное значение xx (единица измерения) только в одном случае из 20.

Приложение А
(обязательное)

Отбор проб

А.1 Общие указания

Метод отбора проб, установленный в настоящем приложении, может применяться при любом отборе проб AUS 32 в процессе поставки после отгрузки со склада поставщика до контейнера AUS 32 на автотранспортном средстве.

А.2 Основные принципы

Предельные значения характеристик качества AUS 32, которые определены в ИСО 22241-1, являются представительными аналитическими результатами, которые могут быть получены только в том случае, если проба защищена от любых загрязнений до испытаний.

Поэтому следует использовать подходящие емкости для отбора проб, которые не загрязняют пробу, что в первую очередь касается микроэлементов, и в которых сведен к минимуму рост колоний бактерий и водорослей.

Примечание — Методы отбора проб, установленные в настоящем приложении, основаны на требованиях стандартов [2] и [3].

А.3 Возможные загрязнители

Во время отбора проб посторонние вещества могут привести к загрязнению пробы. На практике основную опасность будут представлять следующие источники загрязнения:

- остатки вспомогательных материалов, используемых при производстве емкостей для отбора проб;
- загрязнители, которые попадают в пустые емкости при их хранении;
- загрязнители, попадающие из воздуха, т. е пыль или любые другие посторонние вещества из окружающей среды во время отбора проб;
- остатки моющих средств, используемых для мытья как оборудования для отбора проб, так и емкостей;
- топливо.

А.4 Аппаратура

А.4.1 Емкости для отбора проб

Используют емкости с широким горлом вместимостью 1000 $см^3$. Подходящими материалами являются HD-полиэтилен, HD-полипропилен, полифторэтилен, поливинилиденфторид и сополимеры тетрафторэтилен-перфторалкиловых виниловых эфиров (PFA). В спорных случаях используют емкости из PFA.

Перед первым использованием с AUS 32 емкости следует вымыть и в конце промыть сначала деионизированной водой, а затем AUS 32.

А.4.2 Этикетки

На каждую емкость должна быть наклеена этикетка с маркировкой размером около 10 × 5 см. Этикетка и надпись на этикетке должны быть устойчивы по отношению к воде и AUS 32.

А.5 Отбор проб

Открывают закрытую широкогорлую емкость, крышку кладут на чистую поверхность нижней частью вниз. После промывки из контейнера трубки для отбора проб полностью наполняют колбу AUS 32 из контейнера. Первую порцию выливают, затем сразу повторно наполняют и плотно закрывают. На колбу наклеивают этикетку (А.4.2). Во время отбора пробы соблюдают осторожность, чтобы в колбу не попали пыль и загрязняющие жидкости.

Заполненные емкости сразу же как можно быстрее доставляют в лабораторию. Транспортируют и хранят пробы по возможности при низкой температуре от 0 °С до 15 °С. Пробы хранят в темном месте, чтобы предотвратить рост водорослей.

Учитывая возможные изменения содержания аммиака, проводить испытания рекомендуется в течение 3 недель.

А.6 Количество пробы

Количество пробы зависит от вида проводимого испытания. Всякий раз необходимо заранее убедиться, что доступно достаточное количество пробы (рекомендуется 1 л), которое не менее чем в два раза превышает количество, необходимое для полной проверки характеристик AUS 32. В спорных случаях следует взять достаточное количество пробы в соответствии с ИСО 4259.

А.7 Маркировка

Этикетка должна содержать:

- наименование продукта;
- наименование компании, которой принадлежит продукт[1)];
- адрес, по которому был осуществлен отбор пробы[1)];
- наименование производителя продукта[1)];
- номер партии или серии продукции;
- контейнер, из которого была отобрана проба[1)];
- часть контейнера, откуда была отобрана проба (точка отбора пробы)[1)];
- дату и время отбора пробы[1)];
- дату отправки пробы[1)];
- фамилию и подпись лица, отобравшего пробу[1)].

[1)] Обязательно только в случае спорных ситуаций.

Приложение В
(обязательное)

Определение массовой доли карбамида по общему азоту

В.1 Общие указания

Настоящее приложение устанавливает метод определения массовой доли карбамида в AUS 32.

Данный метод применим для определения массовой доли карбамида в диапазоне от 30 % до 35 %.

В.2 Сущность метода

Пробу сжигают при высокой температуре в пламени кислорода. После восстановления образовавшихся оксидов азота до элементарного азота и удаления всех продуктов горения, мешающих определению, азот измеряют при помощи детектора теплопроводности. Массовую долю карбамида рассчитывают вычитанием содержания азота в биурете из общего содержания азота.

В.3 Оборудование

В.3.1 Автоматический анализатор азота для методов сжигания.

В.3.2 Аналитические весы

Точность весов зависит от типа применяемого анализатора и требуемой массы взвешиваемых порций. Цена деления должна составлять не более 0,1 % массы взвешиваемой порции.

В.3.3 Вспомогательные приборы для подготовки пробы, например:

- пинцет с тупыми концами;
- микрошпатель с выровненным концом;
- пипетка.

Пипетка рекомендуется для взвешивания и поэтому не нуждается в калибровке. При этом она необходима, чтобы получить нужный размер капли (маленькую каплю). Можно использовать пипетки с фиксированным объемом или пипетки с объемом, регулируемым в пределах от 10 до 1000 мл, или разовую пипетку Пастера с тонким концом.

В.3.4 Лабораторная посуда из химически стойкого стекла.

В.4 Химические реактивы

В.4.1 Деионизированная вода с удельной электропроводностью меньше, чем 0,1 мСм/м, соответствующая степени чистоты 2 по ИСО 3696.

В.4.2 Вспомогательные горючие вещества и другое оборудование, подходящее для использования с выбранным анализатором азота

Приведенный ниже перечень материалов является примерным. Возможно использование других аналогичных материалов в зависимости от применяемой системы:

- оловянная капсула или аналогичный контейнер для пробы;
- вспомогательные горючие вещества, не содержащие азот, такие как сахароза, целлюлоза;
- абсорбирующие вещества для жидкостей, не содержащие азот, такие как оксид магния.

В.4.3 Стандартные образцы для определения массовой доли азота, предпочтительно с установленным содержанием азота.

Пример — Подходящие стандартные образцы: этилендиамин тетрауксусной кислоты (ЭДТА), амид никотиновой кислоты.

Также может быть использован карбамид соответствующей чистоты с низким содержанием биурета (например, кристаллический чистый для анализа) или другой стандартный образец, рекомендуемый и поставляемый производителем оборудования. Предпочтение следует отдавать аттестованным веществам.

Примечание — Жидкие стандартные образцы (например, раствор карбамида) не пригодны для этих целей.

В.4.4 Кислород, не менее 99,995 % O_2.

В.4.5 Другие газы высокой степени очистки, если они требуются для работы анализатора азота, такие как гелий, не менее 99,996 % He.

В.4.6 Другие реагенты или вспомогательные вещества, необходимые для работы оборудования.

В.5 Проведение испытания

В.5.1 Общие указания

Проба должна быть растворена полностью, не должно быть кристаллов карбамида. При необходимости перед дальнейшими действиями она может быть нагрета не более чем до 40 °С.

Примечание — На рынке доступны несколько различных видов оборудования. Оценка различных способов и режимов работы оборудования не является целью настоящего стандарта. Следует проводить все действия, основываясь на инструкциях оператора.

В.5.2 Градуировочный график

Градуировку проводят в соответствии с требованиями для конкретного типа анализатора и в соответствии с инструкциями (например, после замены трубы сгорания, реагентов или в аналогичных случаях) путем измерения, как описано в В.5.4. Взвешивают последовательно соответствующее количество стандартных образцов в зависимости от используемого вида оборудования, чтобы построить градуировочный график.

В.5.3 Проверка готовности оборудования и градуировочного графика к работе

Для проверки готовности к работе оборудования и градуировочного графика используют соответствующий стандартный образец. Предпочтительно использовать аттестованный стандартный образец раствора карбамида.

Периодичность проверки зависит от типа используемого анализатора.

В.5.4 Измерение

Взвешивают навеску пробы в соответствующую емкость (например, оловянную капсулу), как необходимо для используемого типа анализатора. Масса навески должна быть такой, чтобы общее количество азота в навеске находилось в середине градуировочного графика.

Применяют примерно трехкратное количество горючих веществ (например, безазотную целлюлозу) и, при необходимости, дополнительные связующие вещества (например, оксид магния).

При применении системы с жидким топливом используемый объем должен быть не менее 100 мкл. Массу пробы рассчитывают, исходя из плотности, рассчитываемой в соответствии с ИСО 12185.

Вводят в анализатор (или управляющий компьютер) требуемую информацию (массу пробу, идентификацию пробы) в зависимости от типа анализатора. Подают в анализатор взвешенную пробу и начинают сжигание.

Проводят минимум три отдельных измерения.

В.6 Результаты

В.6.1 Вычисления

Перед расчетом градуировочного графика, смещения основной линии для образцов определяют значение показаний холостой пробы и используют данное значение, чтобы корректировать соответствующие аналитические результаты.

Используют специальную программу для оборудования, чтобы рассчитать градуировочный график или корректировку смещения для проб.

Рассчитывают среднее значение для проб. При наличии существенного отклонения одиночного значения (относительное стандартное отклонение СКО > 1,0 %) повторяют испытание для данной пробы. После этого определяют среднее значение для данной пробы из всех отдельных значений.

Определяют значение массовой доли карбамида из среднего значения не менее трех определений массовой доли азота

$$w_U = 2{,}1438(w_N - Fw_{Bi}), \qquad (B.1)$$

где w_U — массовая доля карбамида, %;

w_N — среднее значение массовой доли азота, % (с точностью до 0,01 %);

F — коэффициент пересчета содержания биурета на азот, равный 0,4076;

w_{Bi} — среднее значение массовой доли биурета, %, определенного в соответствии с приложением Е.

В.6.2 Запись результатов

Результатом является среднеарифметическое значение не менее трех отдельных определений массовой доли азота. Округляют результат расчета содержания карбамида с точностью до 0,1 %.

В.7 Прецизионность

См. 5.2, 5.3 настоящего стандарта и таблицу В.1.

Таблица В.1 — Прецизионность

В процентах

Массовая доля карбамида w_U	Повторяемость r	Воспроизводимость R
От 30 до 35	0,4	1,0

В.8 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

a) тип и описание исследуемого продукта;

b) ссылку на настоящий стандарт;

c) используемый метод отбора проб;

d) результаты испытания (см. В.6);

e) отклонения от установленного хода испытания (при наличии);

f) дату проведения испытания.

Приложение С
(обязательное)

Определение показателя преломления и массовой доли карбамида по показателю преломления

С.1 Общие указания

Настоящее приложение устанавливает метод определения показателя преломления AUS 32. Метод испытания применим к жидкостям, имеющим показатель преломления в диапазоне от 1,33 до 1,39 при температуре от 20 °С до 30 °С.

Метод основан на измерении коэффициента преломления и применяется для определения массовой доли карбамида в диапазоне от 30 % до 35 %.

С.2 Основные принципы

Измерение основано на зависимости значения показателя преломления от массовой доли карбамида в водном растворе при определенной температуре.

Массовую долю карбамида определяют при помощи градуировочного графика.

Примечание — Метод настоящего приложения основывается на методе стандарта [1].

С.3 Оборудование

С.3.1 Рефрактометр, пределы измерения — от 1,33000 до 1,39000, разрешающая способность — 0,00001.

С.3.2 Аналитические весы с ценой деления 0,1 мг или менее.

С.3.3 Термостат с точностью контроля температуры 0,02 °С.

С.3.4 Сушильный шкаф.

С.3.5 Высокий химический стакан объемом 150 $см^3$.

С.3.6 Обычная стеклянная лабораторная посуда.

С.4 Химические реактивы

С.4.1 Деионизированная вода электропроводимостью менее 0,5 мСм/м, соответствующая степени чистоты 3 по ИСО 3696.

С.4.2 Карбамид кристаллический с массовой долей биурета менее 0,1 %.

Перед взвешиванием карбамида, используемого для построения градуировочного графика, он должен быть высушен в течение 2 ч при температуре 105 °С.

С.4.3 Контрольный 32,5%-ный раствор карбамида

Контрольный раствор должен быть приготовлен точным взвешиванием карбамида и воды. Желаемый результат и допустимое отклонение должны быть установлены за 10 измерений.

Раствор должен храниться в герметичной посуде в холодильнике и должен быть использован в течение не более 4 недель.

С.5 Проведение испытания

С.5.1 Общие принципы

Проба должна быть растворена полностью, не должно быть кристаллов карбамида. При необходимости перед дальнейшими действиями он может быть нагрет максимум до 40 °С.

Примечание — На рынке доступны несколько различных видов оборудования. Оценка различных способов и режимов работы не является целью настоящего стандарта. Следует проводить все действия, основываясь на инструкциях оператора.

С.5.2 Построение градуировочного графика и определение поправочного коэффициента

Растворы карбамида готовят путем взвешивания карбамида в стеклянном химическом стакане и последующего добавления соответствующего количества деионизированной воды: 30,0 %; 31,5 %; 32,5 %; 33,5 %; 35,0 %.

Коэффициент преломления данных растворов должен быть определен при (20 ± 0,02) °С.

Диаграмма должна показать точную линейную зависимость между коэффициентом преломления и концентрацией. Поправочный коэффициент должен быть рассчитан из концентраций растворов и коэффициентов преломления

$$F = \frac{\sum_{i=1}^{5} w_{U,i}}{\sum_{i=1}^{5} (n_{U,i} - n_W)}, \qquad (C.1)$$

где F — поправочный коэффициент, %;

$w_{U,i}$ — массовая доля карбамида в *i*-м стандартном растворе, %;
$n_{U,i}$ — коэффициент преломления *i*-го стандартного раствора;
n_W — коэффициент преломления воды, составляющий 1,33296, если проводить измерение рефрактометром с ценой деления пять десятичных знаков.

С.5.3 Проверка работы оборудования и градуировочного графика

Работу оборудования следует проверять еженедельно при помощи воды или стандартного раствора. При обнаружении отклонения от ожидаемого значения более чем 0,00002 настраивают прибор в соответствии с инструкциями производителя. Если после настройки не получают нужное значение, оборудование не используют для дальнейших измерений и информируют об этом сервисный центр производителя.

Настраивают термостат на ожидаемую температуру, просматривая данную температуру на термометре рефрактометра на стороне подачи. Используют поток воды так, чтобы была достигнута и поддерживалась в пределах ± 0,02 °С целевая температура.

Кроме того, еженедельно должен проверяться градуировочной график при помощи 32,5%-ного раствора карбамида. В процессе проверки должен быть определен коэффициент преломления и при помощи поправки в соответствии с С.6 должна быть рассчитана концентрация. Если концентрация отличается от целевого значения более чем на 0,1 %, должен быть использован новый контрольный раствор. Если отклонение сохраняется, должен быть построен новый градуировочный график.

С.5.4 Подготовка пробы и измерение

Отобранную пробу испытывают при (20 ± 0,02) °С без дальнейшей подготовки.

В ходе определения массовой доли карбамида проводят два параллельных измерения. В случае если разница между двумя значениями будет составлять более 0,00005, определение следует повторить.

С.6 Результаты

С.6.1 Вычисления

Массовая доля карбамида должна быть рассчитана по следующей формуле

$$w_U = (n_P - n_W)F - w_{Bi}, \quad (C.2)$$

где w_U — массовая доля карбамида, %;
n_P — коэффициент преломления пробы (до 5 знаков после запятой);
n_W — коэффициент преломления воды (до 5 знаков после запятой);
F — поправочный коэффициент;
w_{Bi} — массовая доля биурета в растворе, %; (определенная в соответствии с приложением Е; биурет имеет такой же коэффициент преломления, как и у карбамида).

С.6.2 Запись результатов

Результаты определяют как среднеарифметическое значение двух отдельных измерений. Округляют результат определения коэффициента преломления до 4 знаков после запятой. Результат определения массовой доли карбамида рассчитывают с точностью до 0,1 %.

С.7 Прецизионность

См. 5.2, 5.3 и таблицу С.1.

Таблица С.1 — Прецизионность

В процентах

Характеристика	Повторяемость *r*	Воспроизводимость *R*
Показатель преломления n_P	0,0001	0,0010
Массовая доля карбамида w_U от 30 % до 35 %	0,1	1,0

С.8 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:
a) тип и описание испытуемого продукта;
b) ссылку на настоящий стандарт;
c) использованный метод отбора пробы;
d) результаты испытания (см. С.6);
e) отклонения от установленного хода испытания (при наличии);
f) дату проведения испытания.

Приложение D
(обязательное)

Определение щелочности

D.1 Общие положения

Настоящее приложение устанавливает метод определения щелочности AUS 32 в пересчете на свободный аммиак в пределах от 0,1 % до 0,5 %.

D.2 Основные принципы

Определение основано на потенциометрическом титровании свободного аммиака испытуемой пробы стандартным раствором соляной кислоты до конечной точки титрования при pH 5,7.

D.3 Оборудование

D.3.1 Аналитические весы с ценой деления 0,1 мг или менее.

D.3.2 Автоматическая бюретка.

D.3.3 Потенциометр с точностью измерения до 0,01 единиц pH, оборудованный комбинированным стеклянным электродом для измерения pH.

D.3.4 Магнитная мешалка.

D.3.5 Высокий химический стакан объемом 150 $см^3$.

D.3.6 Измерительный цилиндр объемом 100 $см^3$.

D.4 Реактивы

D.4.1 Общие положения

При проведении анализа используют только реактивы известной степени чистоты и только дистиллированную или деионизированную воду с удельной электропроводимостью менее 0,5 мСм/м, соответствующую степени чистоты 3 по стандарту [1].

D.4.2 Соляная кислота

Стандартный раствор концентрацией 0,01 моль/л.

D.4.3 Буферные растворы

Следующие стандартные буферные растворы используют при определении щелочности:

- стандартный буферный раствор, pH 4,008;
- стандартный буферный раствор, pH 9,184;
- стандартный буферный раствор, pH 8,00.

Примечание — Подобные растворы доступны на рынке.

D.5 Проведение испытания

D.5.1 Влияющие факторы

Чтобы избежать образования аммиака, взятые пробы AUS 32 хранят и доставляют при температуре не выше 25 °C.

Чтобы избежать испарения аммиака, контейнеры должны герметично закрываться и время анализа не должно продлеваться из-за перерывов.

D.5.2 Проверка потенциометрической системы

Работа потенциометрической системы должна быть проверена при помощи стандартных буферных растворов с pH 4,008 и pH 9,184.

Стандартный буферный раствор с pH 8,00 используют для ежедневной проверки потенциометрической системы.

D.5.3 Предварительное испытание

Взвешивают около 1 г гомогенизированной пробы с точностью до 0,05 г (масса пробы m_s) и помещают в химический стакан вместимостью 150 $см^3$, заполненный примерно 100 $см^3$ дистиллированной или деионизированной воды.

Титруют при помешивании раствором соляной кислоты (0,01 моль/л) до конечной точки титрования pH 5,7.

Вычисляют массовую доля аммиака.

В зависимости от полученного значения щелочности взвешивают следующую пробу для определения:

- значение щелочности, полученное при предварительном испытании, %:	0,02	0,05	0,1	от 0,2 до 0,5;
- масса испытуемой пробы для определения:	10	5	2	1,

см. D.6 для примера.

D.5.4 Определение

Взвешивают гомогенизированную пробу массой, определенной в предварительном испытании, с точностью до 0,05 г и помещают в химический стакан вместимостью 150 $см^3$, заполненный примерно 100 $см^3$ дистиллированной или деионизированной воды.

Титруют при помешивании раствором соляной кислоты (0,01 моль/л) (Cor 1:2008) сначала с обычной скоростью до pH 7,5, затем медленнее до конечной точки титрования при pH 5,7.

Проводят два измерения.

D.6 Результаты

D.6.1 Вычисления

Щелочность, %, в пересчете на аммиак (NH_3), рассчитывают по формуле

$$w(NH_3) = \frac{(V 0{,}017)}{m_S}, \qquad (D.1)$$

где $w(NH_3)$ — щелочность в пересчете на свободный аммиак;

V — объем соляной кислоты, использованный для титрования, $см^3$;

m_S — масса испытуемой пробы, г.

D.6.2 Запись результатов

Рассчитывают среднеарифметическое значение двух измерений. Результат записывают с точностью до 0,01 %.

D.7 Прецизионность

См. 5.2, 5.3 настоящего стандарта и таблицу D.1.

Таблица D.1 — Прецизионность

В процентах

Щелочность $w(NH_3)$	Повторяемость r	Воспроизводимость R
От 0,1 до 0,5	0,01	$0{,}2 \cdot x$

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее обозначение:
x — среднее значение.

D.8 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

a) тип и описание исследуемого продукта;

b) ссылку на настоящий стандарт;

c) используемый метод отбора проб;

d) результаты испытания (см. D.6);

e) отклонения от установленного хода испытания (при наличии);

f) дату проведения испытания.

Приложение Е
(обязательное)

Определение массовой доли биурета

Е.1 Общие положения

Настоящее приложение устанавливает фотометрический метод определения массовой доли биурета в AUS 32 в пределах от 0,1 % до 0,5 %. Метод также применим при ожидаемой массовой доле до 1,5 %, но в данном случае показатели прецизионности не определены.

Е.2 Основные принципы

В щелочных растворах в присутствии смешанной калиевонатриевой соли винной кислоты биурет формирует комплекс с двухвалентной медью, окрашенный в фиолетовый цвет, с максимумом оптической плотности при длине волны 550 нм. Окрашенный комплекс определяют спектрофотометрически при длине волны 550 нм, и при помощи градуировочного графика, построенного по стандартным растворам биурета, определяют концентрацию биурета.

Е.3 Оборудование

Е.3.1 Аналитические весы с ценой деления 0,001 г или менее.

Е.3.2 Вакуумный фильтр, способный проводить фильтрование с размером пор 0,45 мм.

Е.3.3 Спектрофотометр для проведения измерений при длине волны 550 нм с кюветой толщиной 50 мм.

Е.3.4 Мерные колбы объемом 1000, 250, 100, 50 $см^3$.

Е.3.5 Пипетки.

Е.3.6 Роторный испаритель.

Е.3.7 Термостат, способный поддерживать температуру (30 ± 1) °С.

Е.4 Реактивы

Е.4.1 Химические реактивы аналитической степени чистоты

При проведении анализа используют только реактивы аналитической степени чистоты. Используемая вода должна быть деионизированной, ее следует прокипятить перед использованием, чтобы удалить диоксид углерода.

Е.4.2 Насыщенный раствор карбоната калия.

Е.4.3 Раствор сульфата меди

Растворяют 15 г сульфата меди ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) в воде, очищенной от CO_2, и доводят до 1000 $см^3$.

Е.4.4 Щелочной раствор смешанной калиевонатриевой соли винной кислоты

Растворяют 40 г гидроксида натрия в 500 $см^3$ воды в колбе объемом 1000 $см^3$. После охлаждения добавляют 50 г смешанной калиевонатриевой соли винной кислоты ($KNaC_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$) и доводят до метки водой. Перед использованием выдерживают раствор в течение одного дня.

Е.4.5 Стандартный раствор биурета концентрацией 0,8 мг биурета на 1 $дм^3$

Растворяют 800 мг чистого биурета в воде, очищенной от CO_2, и доводят до 1000 $см^3$. Перед использованием высушивают биурет в течение 3 ч при температуре 105 °С.

Биурет может быть очищен следующим методом:

- добавляют 50 г биурета к 500 $см^3$ раствора аммиака с 25%-ной концентрацией, перемешивают в течение 15 мин;
- фильтруют, промывают водой без аммиака и просушивают биурет;
- растворяют в этаноле (10 г на 1 $дм^3$), фильтруют и выпаривают при постепенном нагревании до одной четвертой объема;
- охлаждают до 5 °С и фильтруют;
- высушивают биурет в вакуумной печи при 80 °С;
- проверяют чистоту фотометрическими измерениями по Е.5.5.

Е.5 Проведение испытания

Е.5.1 Влияющие факторы

Спектрофотометрические измерения применимы только для прозрачных растворов. Пробу фильтруют через 0,45 мм фильтр для получения прозрачного раствора.

Аммиак образует с двухвалентной медью окрашенный комплекс, который поглощает свет при длине волны 550 нм. Метод применим только в случае, если массовая доля аммиака в пробе меньше 500 мг/кг.

Чтобы снизить массовую долю аммиака, превышающую 500 мг/кг, помещают 50,0 г пробы в литровую колбу ротационного испарителя, добавляют 15 $см^3$ раствора карбоната калия и испаряют его в течение 1 ч при 40 °С со скоростью вращения 60 об/мин и под вакуумом 2—3 кПа до окончательного объема примерно 20 $см^3$. Переносят данный объем в мерную колбу объемом 250 $см^3$.

Е.5.2 Построение градуировочного графика

В 6 мерных колб объемом 50 $см^3$ каждая переносят: 2, 5, 10, 15, 20, 25 $см^3$ стандартного раствора биурета и в каждую из 6 колб добавляют воды до общего объема смеси 25 $см^3$. Добавляют при помешивании после

каждого прибавления 10 см^3 щелочного раствора виннокислого калия-натрия и 10 см^3 раствора сульфата меди. Помещают пробирки в термостат с установленной температурой (30 ± 1) °С и оставляют их там на 15 мин.

Проводят холостое испытание параллельно с определением, следуя аналогичной методике и используя те же самые количества всех реагентов, что и для измерения по Е.5.5.

После охлаждения до комнатной температуры растворы в мерных колбах доводят до метки водой и хорошо перемешивают. Проводят фотометрическое определение спектрофотометром при длине волны примерно 550 нм, используя кювету с толщиной слоя 50 мм и воду в качестве образца сравнения.

Вычитают оптическую плотность при холостом определении из оптической плотности измеренных значений и строят градуировочный график. В заданном диапазоне концентраций график должен быть строго линеен.

Е.5.3 Расчет поправочного коэффициента

Рассчитывают поправочный коэффициент F по следующей формуле

$$F = \frac{\sum_{i=1}^{6} m_{\mathrm{Bi},i}}{\sum_{i=1}^{6}(E_{1,i} - E_2)} = \frac{61{,}6}{\sum_{i=1}^{6}(E_{1,i} - E_2)}, \qquad (\mathrm{E.1})$$

где F — поправочный коэффициент;

$m_{\mathrm{Bi},i}$ — масса биурета в i-й пробе, мг;

$E_{1,i}$ — оптическая плотность i-й пробы;

E_2 — оптическая плотность в холостом определении.

Построение градуировочного графика и определение поправочного коэффициента необходимо повторять ежегодно и документировать.

Е.5.4 Коэффициент временно́й поправки

Коэффициент временно́й поправки рассчитывают еженедельно.

Проводят измерение 10 см^3 стандартного раствора биурета (8 мг биурета), как описано в Е.5.5.

Рассчитывают следующим образом

$$F_{\mathrm{D}} = \frac{8}{(E_1 - E_2)}, \qquad (\mathrm{E.2})$$

где F_{D} — коэффициент временно́й поправки;

E_1 — оптическая плотность стандартного раствора (среднеарифметическое значение двух определений);

E_2 — оптическая плотность в холостом определении.

Отклонение коэффициента временно́й поправки должно быть в пределах ± 5 % от поправочного коэффициента. Для испытания проб следует использовать коэффициент временно́й поправки.

Е.5.5 Проведение испытания

Взвешивают 100 г испытуемого образца с точностью до 0,01 г в мерной колбе объемом 250 см^3. Доводят до метки водой и хорошо перемешивают.

Переносят аликвотную часть, равную 10 см^3, из испытуемого раствора в колбу, объемом 50 см^3, доводят водой примерно до 25 см^3. Добавляют при помешивании после каждого прибавления по очереди 10 см^3 щелочного раствора виннокислого калия-натрия и 10 см^3 раствора сульфата меди. Помещают колбу в термостат с установленной температурой (30 ± 1) °С и оставляют ее там на 15 мин.

Проводят холостое испытание параллельно с определением, следуя аналогичной методике и используя те же самые количества всех реагентов, что и для определения.

После охлаждения до комнатной температуры растворы в мерных колбах доводят до метки водой и хорошо взбалтывают. Проводят фотометрическое определение спектрофотометром при длине волны примерно 550 нм, используя 50 мм кювету и воду в качестве сравнения.

Для определения неспецифичных значений оптической плотности помещают другие 10 см^3 испытуемого раствора в колбу объемом 50 см^3, доводят до метки водой и измеряют оптическую плотность по той же методике.

Следует провести два параллельных определения.

Е.6 Результаты

Е.6.1 Вычисления

Массовую долю биурета рассчитывают по формуле

$$w_{\mathrm{Bi}} = \frac{(E_{\mathrm{S}} - E_{\mathrm{B}})F_{\mathrm{D}}\,250}{m_{\mathrm{S}}\,10 \cdot 1000}100, \qquad (\mathrm{E.3})$$

где w_{Bi} — массовая доля биурета, % ;

E_{S} — оптическая плотность испытуемой пробы;

E_{B} — оптическая плотность холостой пробы;

F_D — коэффициент временнóй поправки, мг;
m_S — масса пробы, использованной для приготовления испытуемого раствора, г.

Е.6.2 Запись результатов

Результат записывают с точностью до 0,01 %.

Е.7 Прецизионность

См. 5.2, 5.3 настоящего стандарта и таблицу Е.1.

Таблица Е.1 — Прецизионность

В процентах

Массовая доля биурета w_{Bi}	Повторяемость r	Воспроизводимость R
От 0,1 до 0,5	0,01	0,04

Е.8 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

a) тип и описание исследуемого продукта;
b) ссылку на настоящий стандарт;
c) используемый метод отбора проб;
d) результаты испытания (см. Е.6);
e) отклонения от установленного хода испытания (при наличии);
f) дату проведения испытания.

Приложение F
(обязательное)

Определение массовой концентрации альдегидов

F.1 Общие положения

Настоящее приложение устанавливает метод определения массовой концентрации свободных и связанных альдегидов в пересчете на формальдегид в AUS 32 в пределах от 0,5 до 10 мг/кг.

F.2 Основные принципы

В растворах концентрированной серной кислоты формальдегид образует с хромотроповой кислотой раствор пурпурного цвета с максимумом оптической плотности при длине волны 565 нм. Окрашенный комплекс определяют спектрофотометрически при длине волны 565 нм, и при помощи градуировочного графика, построенного по стандартным растворам формальдегида, определяют концентрацию альдегидов.

Примечание — Метод, установленный в настоящем приложении, основан на методе № 20062 из Официальных методов анализов Международной ассоциации официальных химиков-аналитиков (AOAC).

F.3 Оборудование

F.3.1 Аналитические весы с ценой деления 0,001 г.

F.3.2 Спектрофотометр для проведения измерений при длине волны 565 нм с кюветой толщиной 10 мм.

F.3.3 Мерные колбы.

F.3.4 Пипетки.

F.4 Реактивы

F.4.1 Химические реактивы аналитической степени чистоты используют во всех испытаниях.

F.4.2 Серная кислота концентрацией 96 %.

F.4.3 Хромотроповая кислота (дигидраты натриевой или динатриевой соли 4,5-дигидроксинафтален-2,7-дисульфокислоты), 3%-ный раствор в 15%-ной серной кислоте.

Для приготовления данного раствора добавляют 41 см^3 серной кислоты к 410 см^3 воды при охлаждении раствора и затем добавляют 15 г хромотроповой кислоты, хорошо перемешивают.

Примечание — При хранении в бутылке из коричневого стекла данный раствор пригоден не менее чем 3 мес.

F.4.4 Стандартные растворы формальдегида, приготовленные следующим образом:

- помещают от 6,5 до 7 г раствора формальдегида концентрацией 37 % в мерную колбу объемом 500 см^3, заполняют колбу водой до метки и тщательно перемешивают;
- определяют концентрацию формальдегида в растворе, например, в соответствии с методом стандарта [4];
- разбавляют раствор в соотношении 1:1000. Записывают точное значение концентрации формальдегида в колбе (концентрация формальдегида, определенная в прошлом шаге, разделенная на 1000).

F.5 Проведение испытания

F.5.1 Построение градуировочного графика

В 6 мерных колб объемом 50 см^3 каждая переносят: 0,2; 0,5; 1; 2; 5 и 10 см^3 стандартного раствора формальдегида и добавляют воды до общего объема смеси примерно 10 см^3. Добавляют при помешивании 1 см^3 хромотроповой кислоты с последующим постепенным добавлением в течение 5 мин 20 см^3 серной кислоты. Повышение температуры при добавлении серной кислоты должно превысить 100 °С, что необходимо для завершения реакции. Оставляют колбы стоять в течение 15 мин без дополнительного охлаждения.

Проводят холостое испытание параллельно с определением, следуя аналогичной методике и используя те же самые количества всех реагентов, что и для измерения по F.5.4.

После охлаждения до комнатной температуры растворы в мерных колбах доводят водой до метки и хорошо размешивают. Проводят фотометрическое измерение при помощи спектрофотометра при длине волны 565 нм, используя кювету с толщиной слоя 10 мм и воду в качестве образца сравнения.

Вычитают оптическую плотность при холостом определении из оптической плотности измеренных значений и строят градуировочный график. В концентрационном диапазоне график должен быть строго линеен.

F.5.2 Расчет поправочного коэффициента калибровки

Рассчитывают поправочный коэффициент F по следующей формуле

$$F = \frac{\sum_{i=1}^{6} m_{HCHO,i}}{\sum_{i=1}^{6} (E_{1,i} - E_2)}, \qquad (F.1)$$

где F — поправочный коэффициент, мкг;

$m_{HCHO,i}$ — масса формальдегида в i-й пробе, мкг;
$E_{1,i}$ — оптическая плотность i-й пробы;
E_2 — оптическая плотность в холостом определении.

Построение градуировочного графика и определение поправочного коэффициента необходимо повторять ежегодно и документировать.

F.5.3 Проверка метода

Каждые три месяца следует проверять метод следующим образом.

В группу из трех мерных колб объемом 50 см^3 переносят 2 см^3 стандартного раствора формальдегида и добавляют воду до общего объема примерно 10 см^3. Действуют в соответствии с методикой, описанной в F.5.4, и рассчитывают массовую долю альдегида в соответствии с F.6.

Сравнивают полученные результаты с известной массовой долей в стандартных растворах. Если отклонение меньше или равно 2 %, метод готов к применению. Если отклонение больше чем 2 %, повторяют проверку. В случае если отклонения снова больше 2 %, метод нельзя использовать до тех пор, пока не будет построен новый градуировочный график.

F.5.4 Анализ проб

Взвешивают 10 г испытуемой пробы с точностью 0,01 г в мерной колбе объемом 50 см^3, разбавляют ее водой до общего объема, примерно равного 10 см^3. Добавляют при помешивании 1 см^3 раствора хромотроповой кислоты с последующим постепенным добавлением 20 см^3 серной кислоты в течение 5 мин. Повышение температуры при добавлении серной кислоты должно превысить 100 °С, что необходимо для завершения реакции. Оставляют колбы стоять в течение 15 мин без дальнейшего охлаждения.

Проводят холостое испытание параллельно с определением, следуя аналогичной методике и используя те же самые количества всех реагентов, что и для измерения.

После охлаждения до комнатной температуры доводят раствор в мерной колбе водой до метки и хорошо перемешивают. Проводят фотометрическое измерение при помощи спектрофотометра при длине волны 565 нм, используя 10 мм кювету и воду в качестве сравнения.

F.6 Результаты

F.6.1 Вычисления

Массовую концентрацию альдегида w_A рассчитывают по формуле

$$w_A = \frac{(E_S - E_B)F}{m_S}, \qquad (F.2)$$

где w_A — массовая концентрация альдегида, мг/кг;
E_S — оптическая плотность пробы;
E_B — оптическая плотность холостой пробы (холостой контрольный реагент и холостой образец);
F — поправочный коэффициент, мкг;
m_S — масса использованной пробы, г.

F.6.2 Запись результатов

Результат записывают с точностью до 0,1 мг/кг.

F.7 Прецизионность

См. 5.2, 5.3 настоящего стандарта и таблицу F.1.

Таблица F.1 — Прецизионность

В миллиграммах на килограмм

Массовая концентрация альдегида w_A	Повторяемость r	Воспроизводимость R
От 0,5 до 10	0,14	$0,05 \cdot x$
Примечание — В настоящей таблице использовано следующее обозначение: x — среднее значение.		

F.8 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

a) тип и описание исследуемого продукта;
b) ссылку на настоящий стандарт;
c) используемый метод отбора проб;
d) результаты испытания (см. F.6);
e) отклонения от установленного хода испытания (при наличии);
f) дату проведения испытания.

Приложение G
(обязательное)

Определение массовой концентрации нерастворимого остатка гравиметрическим методом

G.1 Общие положения

Настоящее приложение устанавливает метод определения массовой концентрации нерастворимого остатка в AUS 32 выше 1 мг/кг.

G.2 Основные принципы

Пробу отфильтровывают и определяют массу осадка гравиметрическим методом.

G.3 Оборудование

G.3.1 Фильтрационное оборудование для вакуумной фильтрации, подходящее к фильтрам диаметром мембраны 47 и 50 мм.

G.3.2 Мембранный фильтр с размером пор 0,8 мм из смешанного эфира целлюлозы.

G.3.3 Чашка Петри с крышкой, подходящая по размерам к мембранным фильтрам (примерно 80 × 15 мм).

G.3.4 Пинцет с тупыми концами.

G.3.5 Аналитические весы с ценой деления 0,01 мг или менее.

G.3.6 Весы с ценой деления 0,01 г или менее.

G.3.7 Стеклянный химический стакан номинальным объемом 400 $см^3$ (предпочтительно высокий с мерными делениями).

G.3.8 Сушильная печь, способная поддерживать температуру 105 °С с точностью ± 2 °С.

G.3.9 Эксикатор, заполненный осушивающими веществами.

Примечание — Серная кислота или хлорид кальция не подходят в качестве сушильных веществ.

G.3.10 Стандартная стеклянная лабораторная посуда.

G.4 Реактивы

G.4.1 Деионизированная вода удельной электропроводностью менее 0,1 мСм/м, соответствующая степени чистоты 2 по ИСО 3696

G.5 Проведение испытания

Проба должна быть растворена полностью, не должно быть кристаллов карбамида. При необходимости перед дальнейшими действиями проба может быть нагрета до ≤ 40 °С.

Фильтр, используемый при испытании, должен быть заранее промыт водой. Для этого фильтр увлажняют примерно в 100 $см^3$ воды в устройстве вакуумной фильтрации и перекачивают воду через фильтр.

Затем фильтр сушат в сушильном шкафу до постоянной массы и хранят в чашке Петри (один фильтр на одну чашку Петри) в эксикаторе. Мембранный фильтр должен быть взвешен с точностью до 0,01 мг непосредственно до проведения испытания.

Фильтр должен всегда оставаться в чашке Петри при взвешивании.

Пробу необходимо тщательно перемешать до однородности. Сразу же после этого примерно от 100 до 150 $см^3$ пробы переносят в сухой, откалиброванный стеклянный химический стакан, взвешивают с точностью до 0,01 г и добавляют 200 $см^3$ воды. Проба не должна отбираться пипеткой для фильтрования.

Фильтрационное оборудование должно быть настроено при помощи мембранных фильтров. Фильтр должен быть смочен небольшим количеством воды (от 1 до 2 $см^3$) без применения вакуума. Подготовленную пробу помещают в фильтровальный сосуд, включают вакуумный насос, в результате образец быстро проходит через фильтр.

Стеклянный химический стакан должен быть промыт 5 порциями воды, примерно от 30 до 50 $см^3$ каждая. Промывочный раствор тоже должен пройти через фильтр (сосуд для пробы фильтровального оборудования тоже должен быть промыт). Проба должна быть полностью отфильтрована до начала первой промывки. Допускается незначительное подсыхание фильтра.

Фильтрационное оборудование должно быть разобрано, и фильтр должен быть высушен при 105 °С до достижения постоянной массы. После охлаждения до комнатной температуры в эксикаторе фильтр должен быть взвешен с точностью до 0,01 мг.

Необходимо убедиться, что фильтр полностью промыт от остатков карбамида. Если обнаруживается, что фильтр приклеивается к стеклянной поверхности чашки Петри, это означает, что промывание было недостаточным. Такие фильтры должны быть заменены, а анализ должен быть повторен.

G.6 Результаты

G.6.1 Вычисления

$$w_{ins} = \frac{(m_{FR} - m_{FL})}{m_S} 1000, \qquad (G.1)$$

где w_{ins} — массовая концентрация нерастворимого остатка, мг/кг;
m_{FR} — масса высушенного фильтра с осадком из пробы, мг;
m_{FL} — масса высушенного чистого фильтра, мг;
m_S — масса пробы, г.

G.6.2 Запись результатов

За результат принимают среднеарифметическое значение результатов вычисления. Если разница между отдельными значениями превышает 25 % большего значения, определение должно быть повторено. Результат округляют следующим образом:

< 10 мг/кг — до ближайшего значения с точностью 0,1 мг/кг;

≥ 10 мг/кг — до ближайшего значения с точностью 1 мг/кг.

G.7 Прецизионность

См. 5.2, 5.3 настоящего стандарта и таблицу G.1.

Таблица G.1 — Прецизионность

В миллиграммах на килограмм

Массовая концентрация твердых частиц w_{ins}	Повторяемость r	Воспроизводимость R
Св. 1	$0,23 \cdot x$	$0,38 \cdot x$

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее обозначение:
x — среднее значение.

G.8 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

a) тип и описание исследуемого продукта;

b) ссылку на настоящий стандарт;

c) используемый метод отбора проб;

d) результаты испытания (см. G.6);

e) отклонения от установленного хода испытания (при наличии);

f) дату проведения испытания.

Приложение Н
(обязательное)

Определение массовой концентрации фосфатов фотометрическим методом

Н.1 Общие положения

Настоящее приложение устанавливает методику определения общей массовой концентрации фосфатов в AUS 32 в пределах от 0,05 до 10 мг/кг. Расширение пределов измерения возможно при изменении количества пробы.

Н.2 Основные принципы

Пробу выпаривают и прокаливают с карбонатом кальция для минерализации фосфорсодержащих соединений.

После данной обработки пробу переводят из фосфатов в ортофосфаты при помощи соляной кислоты.

Ионы ортофосфата в кислом растворе реагируют с молибдатом и ионом антимония с образованием антимонил-фосформолибдатного комплекса.

Восстановление данного комплекса аскорбиновой кислотой приводит к образованию интенсивно окрашенного в синий цвет комплекса молибдена. Интенсивность цвета показывает концентрацию ортофосфат иона.

Н.3 Оборудование

Н.3.1 Аналитические весы с ценой деления 0,01 г или менее.

Н.3.2 Чаша для прокаливания (платиновая или из кварцевого стекла).

Н.3.3 Нагревательная плита или песочная баня.

Н.3.4 Муфельная печь (700 °С).

Н.3.5 Спектрофотометр (для проведения измерения при 800 нм с кюветой толщиной 1 см).

Н.3.6 Кюветы толщиной 1 см, сделанные из оптического стекла.

Н.3.7 Градуированные колбы.

Н.3.8 Пипетки с грушей.

Н.4 Реактивы

Н.4.1 Деионизированная вода с удельной электропроводностью меньше 0,1 мСм/м, соответствующая степени чистоты 2 по ИСО 3696.

Н.4.2 Карбонат кальция ч.д.а.

Н.4.3 Соляная кислота концентрацией 25 %.

Н.4.4 Серная кислота концентрацией 96 %.

Н.4.5 Аскорбиновая кислота ч.д.а.

Н.4.6 Молибденовокислый аммоний ч.д.а.

Н.4.7 Полугидрат калий сурьмы (III) оксида тартрата (калий антимонил виннокислый).

Н.4.8 Раствор аскорбиновой кислоты концентрацией 100 г/дм^3

Растворяют 10 г аскорбиновой кислоты (Н.4.5) в 100 см^3 деионизированной воды (Н.4.1).

Примечание — Раствор пригоден для пользования в течение 2 недель при хранении в холодильнике. Раствор можно использовать до тех пор, пока он бесцветный.

Н.4.9 Раствор молибдата

Растворяют 13 г молибденовокислого аммония $(NH_4)_6Mo_7O_{24}\cdot 4H_2O$ (Н.4.6) в 250 см^3 воды (Н.4.1). Переносят при охлаждении и помешивании 150 см^3 серной кислоты (Н.4.4).

После этого растворяют 0,35 г полугидрата калий сурьмы (III) оксида тартрата (Н.4.7) в 100 см^3 деионизированной воды (Н.4.1) и смешивают его с раствором молибдата в серной кислоте.

Примечание — Раствор пригоден для использования в течение 2 мес при условии его хранения в одной закрытой бутылке из коричневого стекла.

Н.4.10 Калий дигидрофосфат (KH_2PO_4) ч.д.а., высушенный при 105 °С

Н.4.11 Раствор фосфатов концентрацией 200 мг/дм^3

Взвешивают 286,6 мг дигидрофосфата калия (Н.4.10), помещают в градуированную колбу объемом 1 дм^3 (Н.3.7) и растворяют в деионизированной воде (Н.4.1). Добавляют 2 см^3 серной кислоты (Н.4.4), доводят до метки деионизированной водой (Н.4.1) и перемешивают.

Примечание — Раствор пригоден для использования в течение не менее чем 3 мес при хранении в закрытой стеклянной бутылке.

Н.4.12 Раствор фосфатов концентрацией 2 мг/дм^3

Из раствора фосфатов (Н.4.11) делают второй раствор фосфатов концентрацией 2 мг/дм^3 разбавлением деионизированной водой (Н.4.1) в соотношении 1:100.

Н.5 Проведение испытания

Н.5.1 Построение градуировочного графика

Переносят 1, 2, 5 и 10 см^3 раствора фосфатов (Н.4.12) (соответствующего 2, 4, 10 и 20 мкг фосфата) отдельно в отградуированные колбы объемом 50 см^3 каждая (Н.3.7) и разбавляют деионизированной водой (Н.4.1) до 40 см^3. Концентрация каждого раствора должна быть измерена 10 раз по Н.5.7.

Н.5.2 Расчет поправочного коэффициента

Рассчитывают поправочный коэффициент по следующей формуле

$$C = \frac{\sum_{i=1}^{4} m_{\text{phosphate},i}}{\sum_{i=1}^{4} (E_{1,i} - E_2)}, \qquad \text{(Н.1)}$$

где C — поправочный коэффициент, мкг;

$m_{\text{phosphate},i}$ — масса фосфата в i-й пробе, мг;

$E_{1,i}$ — оптическая плотность i-й пробы;

E_2 — оптическая плотность в холостом определении.

Н.5.3 Проверка метода

Н.5.3.1 Цель

Необходимо проверить, дает ли метод правильные результаты.

Н.5.3.2 Основные принципы

Раствор фосфатов (Н.4.12) определяют как рутинную пробу. Количество фосфатов в растворе является определяемым значением, которое должно быть найдено.

Н.5.3.3 Выполнение

В градуированную колбу объемом 50 см^3 (Н.3.7) пипеткой переносят 5 см^3 раствора фосфатов, проводят определение (Н.6). Повторяют процедуру 3 раза.

Метод считают правильным, если измеренное значение отличается от указанной массовой концентрации фосфатов менее чем на ± 2 %.

Н.5.3.4 Частота

Проверку метода проводят каждые 3 мес.

Н.5.4 Проверка градуировочного графика

Н.5.4.1 Цель

Необходимо проверить, правильна ли область градуировочного графика на заданном интервале.

Н.5.4.2 Основные принципы

Проводят определение раствора фосфатов с известной массовой концентрацией и сравнивают результаты со значениями на градуировочном графике.

Н.5.4.3 Выполнение

Аналогично Н.5.1 должны быть определены три раза не менее чем три концентрации в измеряемом диапазоне.

Градуировочный график считают правильным, если среднее значение рассчитанных значений отличается менее чем на ± 2 % относительно заданной точки на градуировочном графике. Если разница больше, повторяют процедуру.

Если большая разница сохраняется, то метод испытания для определения массовой концентрации фосфатов не может быть использован, пока не построен новый градуировочный график

Н.5.4.4 Частота

Проверку градуировочного графика проводят не реже одного раза в три года.

Н.5.5 Подготовка пробы

Проба должна быть растворена полностью, не должно быть кристаллов карбамида. При необходимости образец может быть нагрет до ≤ 40 °С.

Н.5.6 Разложение

Взвешивают примерно 100 г (записывают массу) подготовленной пробы (Н.5.5) в чаше для прокаливания (Н.3.2) и добавляют 100 мг карбоната кальция (Н.4.2). Помещают чашу с подготовленной пробой на нагревательную плиту и медленно его высушивают. Затем прокаливают пробу в муфельной печи при 700 °С (Н.3.4) до полного разложения вещества. Охлаждают пробу и добавляют в чашу 1 см^3 соляной кислоты (Н.4.3) и от 20 до 30 см^3 деионизированной воды (Н.4.1). Кипятят его до растворения осадка и выделения CO_2. Полностью переносят раствор в градуированную колбу объемом 100 см^3 (Н.3.7), доводят ее водой до метки и перемешивают.

Н.5.7 Фотометрическое определение

Пипеткой [используют пипетку с грушей (Н.3.8)] отбирают точный объем из раствора (Н.5.6) в градуированную колбу объемом 50 см^3 (Н.3.7). Используют не более 40 см^3 раствора образца. Если было использовано меньше 40 см^3 раствора образца, разбавляют раствор деионизированной водой (Н.4.1) до метки 40 см^3.

При помешивании добавляют 1 см^3 раствора аскорбиновой кислоты (Н.4.8) и 2 см^3 раствора молибдата (Н.4.9), доводят до метки водой и перемешивают. Таким же способом делают холостую пробу, но без добавления исследуемого раствора.

Через 10—30 мин определяют спектрофотометром (Н.3.5) оптическую плотность пробы и холостой пробы при длине волны 800 нм.

Н.6 Результаты

Н.6.1 Вычисления

Массовую концентрацию фосфатов w_P рассчитывают по формуле

$$w_P = \frac{(E_S - E_B) C V_S F_1}{V F_2 m_S}, \quad (Н.2)$$

где w_P — массовая концентрация фосфатов, мг/кг;
E_S — оптическая плотность пробы;
E_B — оптическая плотность холостой пробы;
C — поправочный коэффициент;
V_S — объем вещества, прошедшего разложение;
F_1 — коэффициент, равен 1000 (перевод единиц из килограммов в граммы);
V — объем раствора, использованного для фотометрического определения;
F_2 — коэффициент, равен 1000 (перевод единиц из миллиграммов в килограммы);
m_S — масса пробы раствора карбамида, г.

Н.6.2 Запись результатов

Результат записывают с точностью до 0,01 мг/кг.

Н.7 Прецизионность

См. 5.2, 5.3 настоящего стандарта и таблицу Н.1.

Таблица Н.1 — Прецизионность

В миллиграммах на килограмм

Массовая концентрация фосфатов w_P	Повторяемость r	Воспроизводимость R
От 0,1 до 1	0,02	0,03

Н.8 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

a) тип и описание исследуемого продукта;
b) ссылку на настоящий стандарт;
c) используемый метод отбора проб;
d) результаты испытания (см. Н.6);
e) отклонения от установленного хода испытания (при наличии);
f) дату проведения испытания.

Приложение I
(обязательное)

Определение массовой концентрации микроэлементов (Al, Ca, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Na, Ni, Zn) методом оптико-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой (ICP-OES)

I.1 Общие положения

Настоящее приложение устанавливает методику определения массовой концентрации алюминия, кальция, хрома, меди, железа, калия, магния, натрия, никеля и цинка в AUS 32.

I.2 Основные принципы

Массовую концентрацию микроэлементов определяют при помощи оптико-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой (ICP-OES). Данный метод требует построения градуировочного графика для каждого элемента.

Могут быть применены две разные аналитические методики подготовки пробы:

a) высушивание и прокаливание (озоление) раствора карбамида (при помощи нагревательной плиты или микроволновой муфельной печи). Методика требует больше времени, но является более чувствительной;

b) непосредственное определение, включающее разбавление в соотношении 1:5 водой (основная методика).

I.3 Оборудование

I.3.1 Оборудование для методики прокаливания

I.3.1.1 Мерная колба объемом 100 $см^3$, класс A или B

Можно использовать пластиковые мерные колбы или мерные колбы из кварцевого стекла. Не следует использовать колбы из боросиликатного стекла.

I.3.1.2 Муфельная печь

Предпочтительно, чтобы муфельная печь имела возможность программирования изменения температуры, а также была оборудована отводом газов.

I.3.1.3 Горелка Бюнзена (при применении)

Осторожно! В случае чрезмерного прокаливания щелочные элементы испаряются.

I.3.1.4 Нагревательная плита с достигаемой температурой поверхности 500 °C

В другом случае может быть использована микроволновая муфельная печь с отводом газов и поддоном для пробы из кварцевого стекла.

I.3.1.5 Аналитические весы с ценой деления 0,1 г или менее.

I.3.1.6 Чаши из кварцевого стекла номинальным объемом 100 $см^3$

Не следует использовать платиновые чаши, т. к. это приведет к заниженным результатам.

I.3.2 Оборудование для непосредственного определения

I.3.2.1 Мерная колба объемом 100 $см^3$, класс A или B

Можно использовать пластиковые мерные колбы или мерные колбы из кварцевого стекла. Не следует использовать колбы из боросиликатного стекла.

I.3.2.2 Пипетки фиксированного объема: 0,05; 0,1; 0,2; 0,5; 1; 10 $см^3$ или регулируемые штемпель-пипетки.

Пипетки должны быть градуированы.

I.3.3 Измерительное оборудование ICP-OES

Должна использоваться система распыления, которая может переводить в аэрозоль даже растворы с большим содержанием солей (перекрестные потоки, клиновидные потоки (V-groove) или схожие). Рекомендуется увлажнение газа — носителя плазмы (аргона).

Если используют автоматический отбор пробы, сосуды, игла и питающие шланги, ведущие к спектрофотометру, должны быть изготовлены из полимерных материалов (HDPE, PP, PTFE и т. д.). Не следует использовать боросиликатное стекло.

I.4 Реактивы

I.4.1 Общие принципы

Если иное не указано, следует использовать реактивы не менее чем ч. д. а. и дистиллированную/деионизированную воду (удельная электропроводность меньше 0,5 мСм/м, соответствующая степени чистоты 3 по ИСО 3696).

Все методики следует использовать с кислотой только одного типа.

I.4.2 Реактивы для методики прокаливания:

- азотная кислота концентрации не менее 65 %, в другом случае — соляная кислота концентрации не более 37 %;
- стандартные растворы для ICP, 1,000 $г/дм^3$ на каждый элемент.

Можно использовать доступные на рынке аттестованные стандартные растворы для ICP.

I.4.3 Реактивы для непосредственного определения:

- 32,5%-ный раствор карбамида, приготовленный из карбамида для биологических целей и воды, в соответствии с требуемыми массами обоих компонентов;

- азотная кислота концентрацией не менее 65 %, в другом случае — соляная кислота концентрацией не более 37 %;

- стандартные растворы для ICP, 1,000 г/дм^3 на каждый элемент. Могут быть использованы доступные на рынке аттестованные стандартные растворы для ICP;

- многоэлементный стандартный раствор 10 мг/дм^3 на каждый элемент: пипеткой отбирают 1000 мкл от каждого стандартного раствора для ICP в мерную колбу объемом 100 см^3.

Доводят раствор в колбе до метки водой и взбалтывают. Каждый рабочий день следует готовить свежий раствор.

I.5 Проведение испытания

I.5.1 Влияющие факторы

Из-за разбрызгивания материала пробы при прокаливании или из-за чрезмерной температуры при подготовке к прокаливанию на горелке Бюнзена или в муфельной печи (в особенности в случае Na и K) можно получить заниженные результаты; из-за внесения дополнительных минеральных компонентов (например, внесения изоляционных материалов печи) можно получить завышенные результаты. Следует принимать соответствующие меры для предотвращения таких ошибок.

Методика прокаливания: элемент P не может быть определен, т. к. при прокаливании образуются полифосфаты, которые впоследствии не растворяются.

При непосредственном определении на определение некоторых элементов может быть оказано влияние из-за матрицы, содержащей углерод. Воздействие может также иметь место из-за используемой системы атомизации пробы. При непосредственном определении в случае проблем, связанных с оборудованием, проба должна быть подготовлена в соответствии с I.2, перечисление b).

Остаточное количество определяемых элементов может присутствовать на внутренней поверхности пластиковых сосудов (бутылки для проб, мерные колбы и т. д.); следовательно, всегда перед применением внутреннюю поверхность следует очищать кислотой (HCl, HNO_3).

I.5.2 Подготовка пробы

I.5.2.1 Подготовка пробы для методики прокаливания

В кварцевой чаше взвешивают 100 г пробы с точностью до 0,1 г. Медленно выпаривают раствор на нагревательной плите до высыхания. Как только проба становится настолько сухой, что ее невозможно разбрызнуть, испаряют пробу в муфельной печи, постепенно нагревая в течение 2 ч, начиная с температуры 350 °C до 700 °C, до полного испарения пробы. Держат температуру 700 °C не менее 30 мин.

В случае отсутствия муфельной печи с контролем температуры и отводом газа пробу сильно выпаривают на открытом пламени (в вытяжном шкафу) и только затем выдерживают при 700 °C в муфельной печи.

В случае если для прокаливания используют микроволновую муфельную печь, используют следующую последовательность температур:

1) начинают при комнатной температуре;

2) увеличивают до 200 °C за 30 мин;

3) держат температуру 200 °C в течение 10 мин;

4) увеличивают до 700 °C за 120 мин;

5) держат температуру 700 °C не менее 30 мин.

Дают пробе остыть до комнатной температуры и при нагревании извлекают осадок с помощью 5 см^3 азотной кислоты (или соляной кислоты) и примерно 20 см^3 воды. Полностью переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Дают колбе остыть до комнатной температуры, доводят до метки водой и перемешивают.

I.5.2.2 Подготовка пробы при непосредственном определении

При использовании подходящего распылителя и спектрометра с достаточно низкими пределами обнаружения для отдельных элементов подготовку пробы проводят следующим образом:

- взвешивают в мерной колбе 20 г пробы с точностью 0,01 г;

- добавляют в следующей последовательности: около 50 см^3 воды и 5 см^3 азотной кислоты (соляной кислоты);

- затем заполняют мерную колбу водой и перемешивают раствор.

I.5.3 Построение градуировочного графика

Частота построения градуировочного графика зависит от используемого спектрофотометра (в соответствии со спецификациями производителя оборудования и руководствами). Для проверки градуировочного графика и коррекции его сдвига наибольший и наименьший стандартные растворы следует измерять каждый рабочий день. Рекомендуемые концентрации указаны в таблицах I.1 и I.2.

Интенсивность излучения индивидуальных компонентов преобразуют с использованием градуировочного графика (обычно при помощи программного обеспечения ICP для компьютера).

См. таблицу I.1 для методики прокаливания.

Таблица I.1

Раствор	Массовая концентрация на элемент, мг/дм^3	Количество добавляемой кислоты, мл/дм^3
0	0	50
1	0,010	
2	0,030	
3	0,100	
4	0,300	
5	1,000	
6	5,000	

См. таблицу I.2 для непосредственного определения.

Таблица I.2

Раствор	Массовая концентрация на элемент, мг/дм^3	Количество добавляемой кислоты, мл/дм^3	Количество 32,5%-ного раствора карбамида, мл/дм^3
0	0	50	200
1	0,005		
2	0,010		
3	0,020		
4	0,050		
5	0,100		
6	0,200		
7	0,500		

I.5.4 Выполнение измерения

Для измерения эмиссии должны быть использованы длины волн, указанные в таблице I.3.

Таблица I.3

Элемент	Длина волны, нм
Ca	396,85 или 317,93, или 393,37
Cr	205,56 или 267,72
Fe	259,94 или 239,56
K	766,49
Cu	324,75 или 327,39
Mg	279,55 или 285,21
Na	588,99 или 589,59
Ni	352,45 или 231,60, или 227,07, или 221,65
Zn	213,85 или 206,20, или 202,55
Al	396,15 или 394,40, или 167,08

Измерение каждого из подготовленных растворов следует повторить не менее чем три раза, по этой причине необходимо убедиться, что времени промывания между каждой сменой образца достаточно. Для промежуточного промывания предлагается использовать 3%-ный раствор азотной кислоты (или соляной кислоты).

I.6 Результаты

I.6.1 Расчеты

Если на выходе измеренные значения выражены в миллиграммах на кубический дециметр, их переводят потом в соответствующую данной пробе массовую долю (мг/кг).

I.6.2 Запись результатов

Результат для каждого элемента определяют как среднеарифметическое значение всех определений. Указывают результат с точностью до двух значащих цифр.

I.7 Прецизионность

См. 5.2, 5.3 настоящего стандарта.

В таблице I.4 указаны значения прецизионности для обеих методик.

Таблица I.4 — В миллиграммах на килограмм

Элемент	Повторяемость r	Воспроизводимость R
Ca	0,02	$0,1 \cdot x$
Fe	0,01	$0,3 \cdot x$
Cu	0,01	$0,2 \cdot x$
Zn	0,01	$0,3 \cdot x$
Cr	0,01	$0,3 \cdot x$
Ni	0,01	$0,3 \cdot x$
Mg	0,02	$0,3 \cdot x$
Na	0,03	$0,5 \cdot x$
K	0,03	$0,5 \cdot x$
Al	0,02	$0,3 \cdot x$

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее обозначение:

x — среднее значение.

I.8 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

a) тип и описание исследуемого продукта;

b) ссылку на настоящий стандарт;

c) используемый метод отбора проб;

d) результаты испытания (см. I.6);

e) отклонения от установленного хода испытания (при наличии);

f) дату проведения испытания.

Приложение J
(обязательное)

Определение идентичности образцов методом инфракрасной спектроскопии (FTIR)

J.1 Общие положения

Настоящее приложение устанавливает метод определения идентичности образцов AUS 32. Все растворы карбамида в воде с концентрацией карбамида более чем 10 % будут давать ИК-спектры с одинаковыми характерными пиками.

Используя настоящий метод, образцы AUS 32 сравнивают с известным образцом и определяют, идентичны они или нет.

J.2 Принципы

При прохождении света через тонкий слой раствора карбамида инфракрасный свет поглощается определенным образом; снятый спектр позволяет идентифицировать карбамид. В другом случае можно использовать любые подходящие методы рассеянного общего отражения (ATR).

J.3 Оборудование

J.3.1 Спектрометр с инфракрасной спектроскопией Фурье (FTIR) или любой спектрометр, способный снимать спектр в диапазоне волновых чисел от 600 до 4000 $см^{-1}$; выбранное разрешение должно быть не менее 4 $см^{-1}$.

J.3.2 Кювета, подходящая к водным растворам, например KRS5 (TlBr/TlJ), ZnSe и т. д., толщина слоя — примерно 100 мкм. В другом случае может быть использован любой прибор для ATR, пригодный для жидкостей.

ВНИМАНИЕ! Обратите внимание на чрезвычайно токсичные характеристики материалов окна KRS5.

J.4 Проведение испытания

Заполняют кювету анализируемым веществом так, чтобы не оставалось воздушных пузырей. Помещают кювету на пути прохождения луча FTIR спектрометра таким образом, чтобы можно было снять спектр ИК-поглощения. В другом случае образец может быть помещен на кристалл ATR.

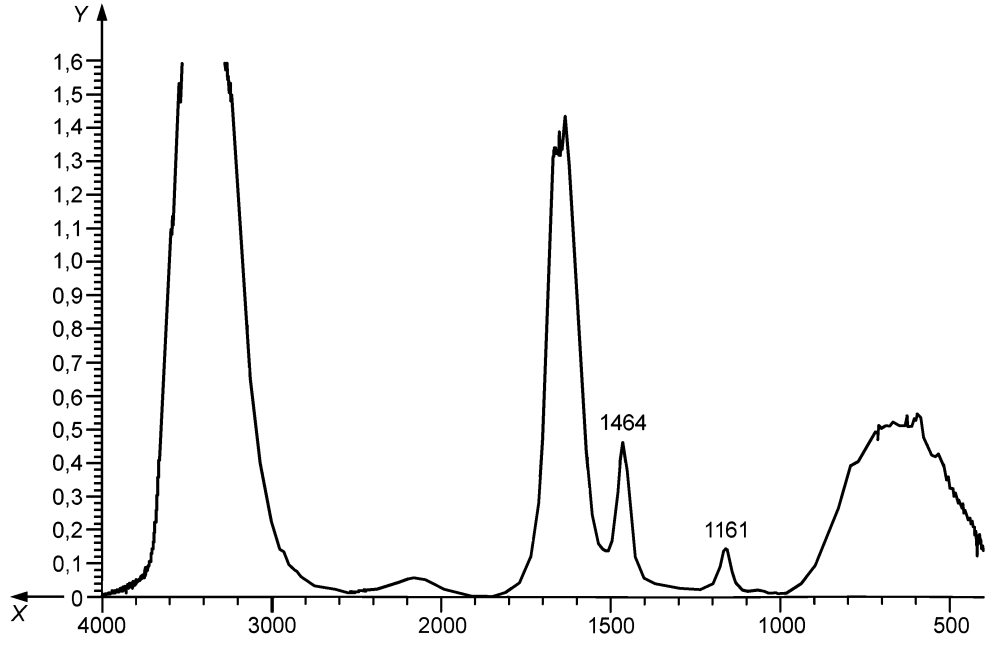
Визуально сравнивают полученный спектр со справочным спектром 32,5%-ного раствора карбамида.

J.5 Запись результатов

В результате измерения должно быть сделано одно из заявлений:

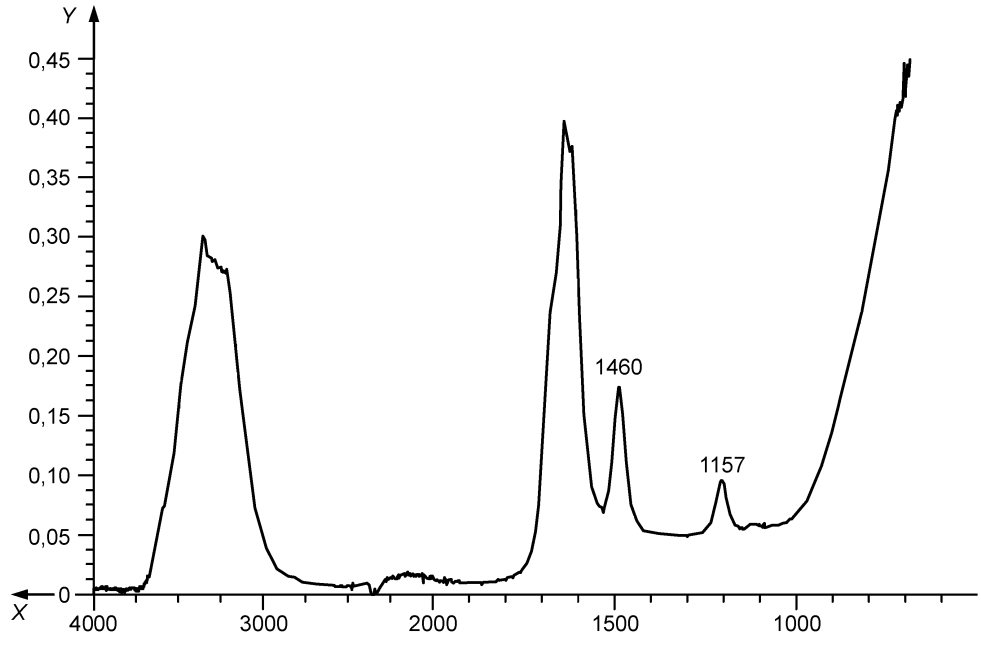
- да — для спектра, идентичного справочному;
- нет — для спектра, неидентичного справочному.

J.6 Примеры



X — волновое число; *Y* — поглощение

Рисунок J.1 — Пример справочного спектра 32,5%-ного карбамида в воде — методика поглощения



X — волновое число; *Y* — поглощение

Рисунок J.2 — Пример справочного спектра 32,5%-ного карбамида в воде — методика ATR

Приложение К
(справочное)

Точность методов испытаний

Таблица К.1 — Точность методов испытаний

Характеристика	Повторяемость r	Воспроизводимость R
Массовая доля карбамида (по общему азоту), %	0,4	1,0
Массовая доля карбамида (по коэффициенту преломления), %	0,1	1,0
Коэффициент преломления	0,0001	0,001
Плотность в соответствии с ИСО 3675, кг/м^3	0,5	1,2
Плотность в соответствии с ИСО 12185, кг/м^3	0,2	0,5
Щелочность по отношению к NH_3, %	0,01	$0,2 \cdot x$
Массовая доля биурета, %	0,01	0,04
Массовая концентрация альдегидов, мг/кг	0,14	$0,5 \cdot x$
Массовая концентрация нерастворимого остатка, мг/кг	$0,23 \cdot x$	$0,38 \cdot x$
Массовая концентрация фосфатов (PO_4), мг/кг	0,02	0,03
Массовая концентрация кальция, мг/кг	0,02	$0,1 \cdot x$
Массовая концентрация железа, мг/кг	0,01	$0,3 \cdot x$
Массовая концентрация меди, мг/кг	0,01	$0,2 \cdot x$
Массовая концентрация цинка, мг/кг	0,01	$0,3 \cdot x$
Массовая концентрация хрома, мг/кг	0,01	$0,3 \cdot x$
Массовая концентрация никеля, мг/кг	0,01	$0,3 \cdot x$
Массовая концентрация алюминия, мг/кг	0,02	$0,3 \cdot x$
Массовая концентрация магния, мг/кг	0,02	$0,3 \cdot x$
Массовая концентрация натрия, мг/кг	0,03	$0,5 \cdot x$
Массовая концентрация калия, мг/кг	0,03	$0,5 \cdot x$

Примечания

1 Показатели точности методов измерений плотности — по ИСО 3675 и ИСО 12185.

2 Прецизионность всех других методов испытания, на которые даны ссылки в настоящем стандарте, были получены в результате программы межлабораторных испытаний, проведенных в 2004 г. совместно с 18 лабораториями в Австрии, Германии и Голландии. Полученные данные были обработаны в соответствии с ИСО 4259.

3 В настоящей таблице использовано следующее обозначение:

x — среднее значение.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам)

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ИСО 22241-1	IDT	ГОСТ Р ИСО 22241-1—2012 «Двигатели дизельные. Ингибитор коррозии AUS 32. Часть 1. Требования к качеству»
ИСО 3675	IDT	ГОСТ Р ИСО 3675—2007 «Нефть сырая и нефтепродукты жидкие. Лабораторный метод определения плотности с использованием ареометра»
ИСО 3696	—	*
ИСО 4259	—	*
ИСО 12185	—	*

* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:

IDT — идентичные стандарты.

Библиография

[1] ISO 5661, Petroleum products — Hydrocarbon liquids — Determination of refractive index (ИСО 5661 Нефтепродукты. Углеводородные жидкости. Определение коэффициента преломления)[1)]

[2] ISO 5667-2, Water quality — Sampling — Part 2: Guidance on sampling techniques (ИСО 5667-2 Качество воды. Отбор проб. Часть 2. Руководство по методам отбора проб)[2)]

[3] ISO 5667-3, Water quality — Sampling — Part 3: Guidance on the preservation and handling of water samples (ИСО 5667-3 Качество воды. Отбор проб. Часть 3. Руководство по хранению и обращению с пробами воды)[1)]

[4] ISO 9020, Binders for paints and varnishes — Determination of free-formaldehyde content of amino resins — Sodium sulfite titrimetric method (ИСО 9020 Связующие для красок и лаков. Определение содержания свободного формальдегида в аминокислотах. Титриметрический метод с применением сульфита натрия)[3)]

[5] Association of Official Analytical Chemists (AOAC) International, Official Methods of Analysis of AOAC International (Международная ассоциация официальных химиков-аналитиков (АОАС), Официальные методы анализов АОАС)

[1)] Официальный перевод этого стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

[2)] Данный стандарт заменен на стандарт ИСО 5667-1:2006 Качество воды. Отбор проб. Часть 1. Руководство по составлению программ и методик отбора проб.

[3)] Данный стандарт заменен на стандарт ИСО 11402:2004 Фенольные смолы, аминосмолы и конденсационные смолы. Определение содержания свободного формальдегида.

УДК 661.179:006.354 ОКС 71.080.30 Л21

Ключевые слова: дизельные двигатели, восстановитель оксидов азота AUS 32, водный раствор карбамида, оксиды азота, преобразователи на селективном каталитическом восстановлении (SCR), методы испытания

Редактор *Л. И. Нахимова*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *Л. Я. Митрофанова*
Компьютерная верстка *Т. Ф. Кузнецовой*

Сдано в набор 10.04.2013. Подписано в печать 20.05.2013. Формат 60×84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 4,18. Уч.-изд. л. 3,30. Тираж 96 экз. Зак. 543

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Набрано и отпечатано в Калужской типографии стандартов, 248021 Калуга, ул. Московская, 256.

gost.e-ecolog.ru