

Качество карбамида: современная ситуация в области стандартизации

А.Г. Скудин (ОАО «НИИК»)

ОАО «Научно-исследовательский и проектный институт карбамида и продуктов органической химии» (ОАО «НИИК») имеет многолетний опыт стандартизации в области карбамида, является разработчиком межгосударственных (стран СНГ) и национальных стандартов на карбамид и методов его испытаний, участником работ по гармонизации соответствующих национальных стандартов с международными стандартами ИСО.

В последние два года произошли существенные изменения в области стандартизации, которые способны повлиять на ситуацию, связанную с определением качества карбамида и методическим обеспечением производства. Безусловно, для ОАО «НИИК» главным событием стало введение взамен ГОСТ 2081–92 Межгосударственного стандарта ГОСТ 2081–2010 «Карбамид. Технические условия».

Новый ГОСТ разработан Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК-84 «Неорганические продукты азотной группы на базе аммиака и азотной кислоты» (ОАО «ГИАП»).

Следует отметить, что работа над новым ГОСТ 2081–2010 началась еще в 2004 г. и проходила очень тяжело. ОАО «НИИК» оказывало ОАО «ГИАП» методическую помощь при подготовке данного стандарта.

Приказом № 192-ст Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 июля 2010 г. Межгосударственный стандарт ГОСТ 2081–2010 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 марта 2011 г.

Страны-члены МГСС (Межгосударственный совет по стандартизации), проголосовавшие за принятие стандарта: Азербайджан, Беларусь, Казахстан, Россия, Киргизстан, Молдова, Таджикистан. Страны-члены МГСС, не проголосовавшие за принятие стандарта: Украина, Туркмения, Армения, Узбекистан.

ОАО «НИИК» направило на предприятия – производители карбамида Украины и Узбекистана письма-запросы с просьбой разъяснить сложившуюся ситуацию, связанную с непринятием нового ГОСТ. Из полученных от украинских предприятий ответов следует, что в настоящее время в Украине продолжает действовать ГОСТ 2081–92 и одновременно идет работа по подготовке Державного стандарта Украины (ДСТУ) на карбамид. Наше обращение от узбекских предприятий был получен ответ, что Федеральное агентство по стандартизации Республики Узбекистан планирует проголосовать за принятие стандарта на своей территории. 8 апреля 2011 г. Постановлением № 05-293 Республика Узбекистан звела у себя на территории ГОСТ 2081–2010.

С точки зрения технических требований к качеству карбамида новый ГОСТ полностью повторяет прежний ГОСТ 2081–92. Единственное изменение – таблица физико-химических показателей из предыдущего ГОСТ разбита на три таблицы. По сути все свелось к тому, чтобы оформить ГОСТ 2081–2010 в соответствии с требованиями ГОСТ 1.5–2001 «Межгосударственная сис-

тема стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации». Общие требования к построению, изложению, оформлению, содержанию и обозначению.

По нашему мнению, ГОСТ 2081–2010 является документом 70–80-х гг. прошлого века (когда 90% производимого карбамида потреблялось внутри страны) и не отражает современную ситуацию. Последние 20 лет мы имеем практически зеркальную ситуацию: 80–90% производимого карбамида отправляется на экспорт и лишь 10–20% потребляется внутри страны (Россия, Украина).

Современная ситуация с производством и оборотом карбамида представляется следующей. Разделение карбамида на марки А и Б – чисто условное. Ни на одном из предприятий не существует отдельных технологических регламентов и приемов для выпуска карбамида марок А и Б. Практически все предприятия выпускают карбамид марки Б (для сельского хозяйства). Это связано с тем, что 80–90% производимого карбамида идет на экспорт для сельского хозяйства.

Согласно требованиям экспортных контрактов качество карбамида контролируют по трем показателям.

Требования экспортных контрактов для марки Б

Массовая доля воды (сушкой), %	Не более 0,3
Гранулометрический состав (от 1 до 4 мм), %	Не менее 94
Статическая прочность гранул	0,7

В то же время в ГОСТ 2081–2010 есть семь показателей, по которым контролируется карбамид для сельского хозяйства.

Требования ГОСТ 2081–2010 для марки Б

Сорт	Высший	1-й сорт
Внешний вид	Гранулы или кристаллы белого цвета	
Массовая доля азота, %, не менее	46,2	46,2
Массовая доля биурета, %, не менее	1,4	1,4
Массовая доля воды, %, не более:		
гигроскопическая	0,3	0,3
общая	0,5	0,5
Рассыпчатость, %	100	100
Гранулометрический состав, %:		
от 1 до 4 мм, не менее	94	94
от 2 до 4 мм, не менее	70	70
Статическая прочность гранул	0,7	0,5

Число этих показателей явно избыточно. Например, такие показатели, как внешний вид, массовая доля азота, массовая доля биурета, рассыпчатость, фактически гарантироваются технологией.

Напротив, для карбамида марки А (для промышленности) требований к качеству, заложенных ГОСТ 2081–2010, явно недостаточно.

Требования ГОСТ 2081–2010 для марки А

Сорт	Высший	1-й
Массовая доля азота в пересчете на сухое вещество, %, не менее	46,3	46,2
Массовая доля биурета, %, не более	0,6	1,4
Массовая доля свободного аммиака, %, не более, для карбамида:		
кристаллического	0,01	0,01
гранулированного	0,02	0,03
Массовая доля воды, %, не более:		
гигроскопической	0,3	0,3
общей	0,6	0,6

Для выпуска высококачественных карбамидоформальдегидных смол необходимо контролировать качество карбамида по следующим показателям: массовая доля аммиака, массовая доля биурета, массовая доля железа, буферный коэффициент, pH 10%-ного раствора.

Показатели качества карбамида, необходимые для выпуска высококачественных смол

Массовая доля, %:	
биурет	Не более 0,6
триурет	Не более 0,05
аммиак	Не более 0,01
железо	Не более 0,00005
Буферный коэффициент	Не более 2 мл
pH 10%-ного раствора	8,6...10,0

ОАО «НИИК» разработаны серии ГОСТ 50568. (1-7)-93, в которых установлены дополнительные требования к качеству карбамида марки А.

ГОСТ 2081–2010 содержит также существенные методологические недостатки. В частности, определение гранулометрического состава предлагается проводить в интервале времени от 2 до 10 мин. Испытания, проведенные в лаборатории аналитических исследований качества готового продукта на примере карбамида, произведенного в ООО ПК «АгроЧереповец», показали, что при времени испытания 2 мин доля гранул фракции 1...2 мм составляет 3,1%, при 4 мин – 6,6%, при 6 мин – 9,9%, при 10 мин – 10,8%. Таким образом, проводя испытания согласно ГОСТ 2081–2010, можно получать результаты по данному показателю, различающиеся в разы (рис. 1).

Несмотря на перечисленные недостатки нового ГОСТ 2081–2010, нельзя не отметить, что документ продолжает выполнять несколько очень важных функций:

- обеспечение беспроблемной доставки карбамида по железной дороге потребителю;
- единство требований к качеству карбамида для производителей из стран бывшего СССР;
- полное удовлетворение потребителей качеством карбамида, произведенного по ГОСТ 2081–2010, на современном этапе развития промышленности и сельского хозяйства.

Изменилась нормативная база, касающаяся методики измерений. Новый стандарт на методики измерений – ГОСТ Р 8.563–2009. «Методики (методы) измерений» разработан ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы» (ВНИИМС) взамен ГОСТ Р 8.563–96. ГОСТ Р 8.563–2009 утвержден и введен в действие Приказом №1253-ст от 15 декабря 2009 г. Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии.

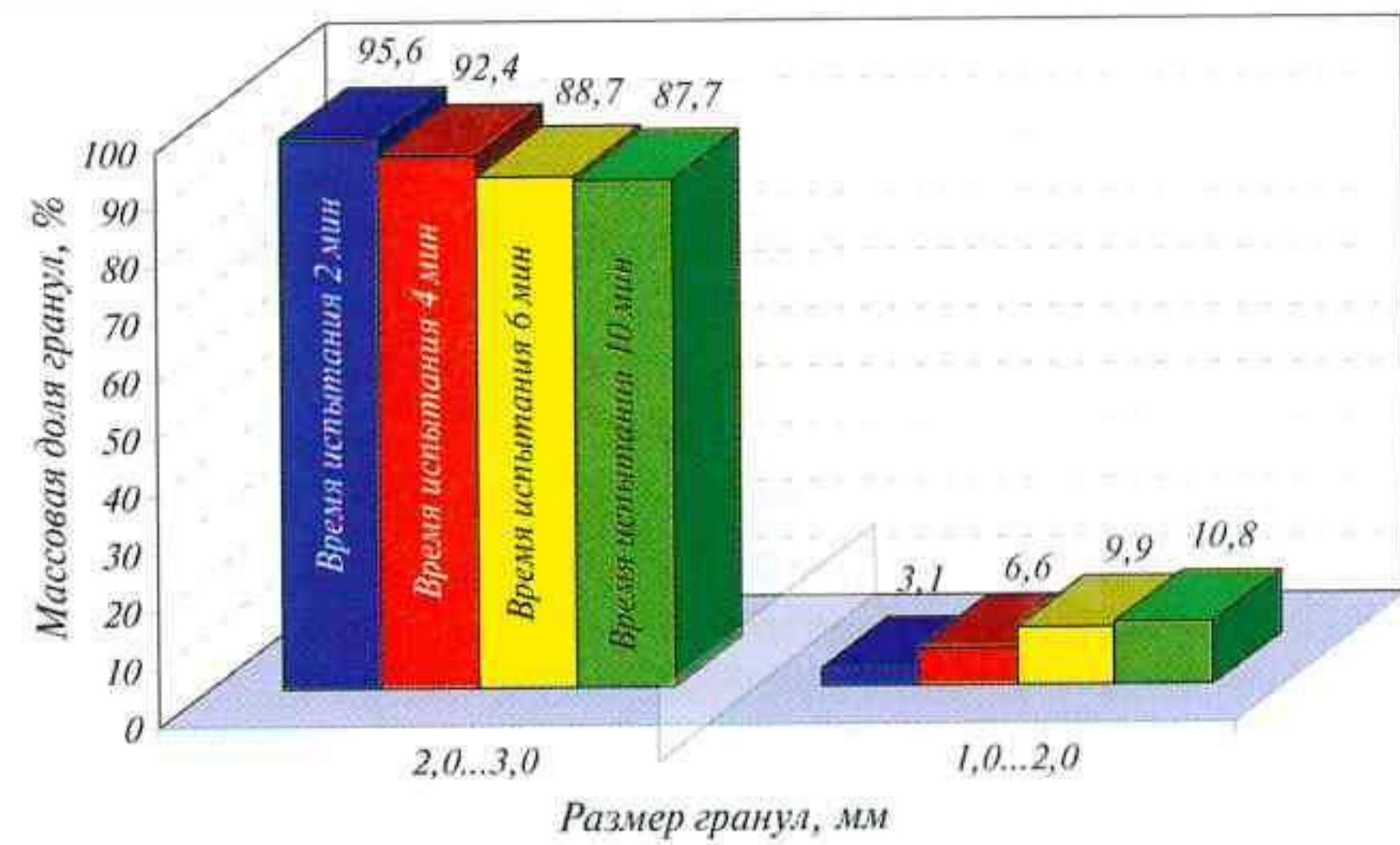


Рис. 1. Результаты испытаний в ООО ПК «АгроЧереповец» приглинированного карбамида (ситовой анализ) по ГОСТ 2081–2010

Цель стандарта – изложение рекомендаций, установленных статьей 5 Федерального закона № 102-ФЗ от 26 июня 2008 г. «Об обеспечении единства измерений» требований к методикам (методам) измерений.

Главное изменение, внесенное новым стандартом, – аттестованные методики должны обязательно включать сведения о наличии их в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений. Последнее обстоятельство, по нашему мнению, может существенно затруднить процесс обновления методического обеспечения аналитического контроля производства, так как процесс регистрации новых методик выполнения измерений (МВИ) в Федеральном информационном фонде требует времени и дополнительных издержек.

Данный ГОСТ Р 8.563–2009 уже включает требования ГОСТ Р ИСО 5725-(1-6)-2002. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений; он направлен на гармонизацию отечественных стандартов с международными, а также учитывает требования ГОСТ Р ИСО 17025–2006, устанавливающего требования к аккредитованным аналитическим лабораториям (центрам).

Методики выполнения измерений, разработанные по ГОСТ Р 8.563–96, продолжают действовать до их замены новыми, соответствующими требованиям ГОСТ Р 8.563–2009.

ОАО «НИИК» начало работу по приведению в соответствие с новым ГОСТ Р 8.563–2009 МВИ, входящих в сборник аналитического контроля производства карбамида. Также в ближайшее время будут выпущены несколько новых МВИ, не входящих в сборник:

- Массовая концентрация хлоридов в конденсатах и паровых сдувках производства карбамида. Методика измерений методом ионной хроматографии;
- Массовая доля аммиака и диоксида углерода в растворах производства карбамида на выходе из аппаратов, работающих при повышенных температуре и давлении. Методика измерений потенциометрическим титрованием;
- Массовая доля карбамида и биурета в растворах производства карбамида. Методика измерений методом высокоэффективной жидкостной хроматографии.

Ни для кого не секрет, что аналитическая база, которая используется на предприятиях отрасли для технологического контроля и контроля качества готового продукта, основана на методах и аппаратурном оснащении 70–80-х гг. прошлого века. Подавляющее больш-

шинство аналитических методик, используемых на предприятиях, основано на титриметрических и спектрофотометрических методах анализа. Данные методы анализа характеризуются следующими недостатками:

- высокие затраты ручного труда;
- использование токсичных и пожароопасных реагентов и растворителей;
- снижение точности измерений за счет субъективного фактора;
- высокая стоимость единичного анализа;
- слабая возможность использования компьютерной обработки результатов измерений.

Современная ситуация на предприятиях такова, что аналитические службы заводов и цехов из-за стремления оптимизировать численность работающих существенно сократили число инженеров-аналитиков и лаборантов. Нагрузка на сотрудника аналитической службы существенно возросла, что может привести к снижению качества аналитических работ. Для того чтобы не допустить снижения качества аналитических работ на предприятиях, ОАО «НИИК» предлагает ускоренный переход на современные методы анализа с использованием последних достижений аналитической химии.

ОАО «НИИК» как ведущая инжиниринговая компания на пространстве бывшего СССР, занимающаяся проблемами карбамида (включая разработку аналитического обеспечения производств), отслеживает мировые тенденции в области аналитической химии.

Основные мировые тенденции в организации аналитических работ:

- широкое использование инструментальных методов анализа;
- минимизация затрат ручного труда;
- повышение точности измерений за счет снижения влияния субъективного фактора;
- точная и надежная идентификация примесей;
- сокращение времени анализа;
- улучшение условий труда за счет отказа от использования токсичных реагентов и пожароопасных растворителей;
- снижение стоимости единичного анализа;
- широкое использование компьютерной обработки аналитических измерений, создание на их основе баз данных, выдача протоколов испытаний согласно GLP.

ОАО «НИИК» активно работает над внедрением новых инструментальных аналитических методов, ранее практически не применявшихся в аналитическом контроле производства карбамида. К этим методам относятся высокоэффективная жидкостная хроматография и ионная хроматография. Например, в настоящее время для определения содержания карбамида и биурета в растворах используются титриметрический и спектрофотометрический методы. Для приготовления растворов реагентов (среди которых есть и токсичные вещества, например формалин), необходимых для определения указанных веществ, построения градиуровочного графика и проведения анализа затрачивается 9 ч 30 мин рабочего времени. При использовании метода высокоэффективной жидкостной хроматографии общее время анализа сокращается до 2 ч 20 мин, использование токсичных реагентов исключается (рис. 2).

Еще более показателен пример с анализом хлоридов в конденсатах спектрофотометрическим методом.

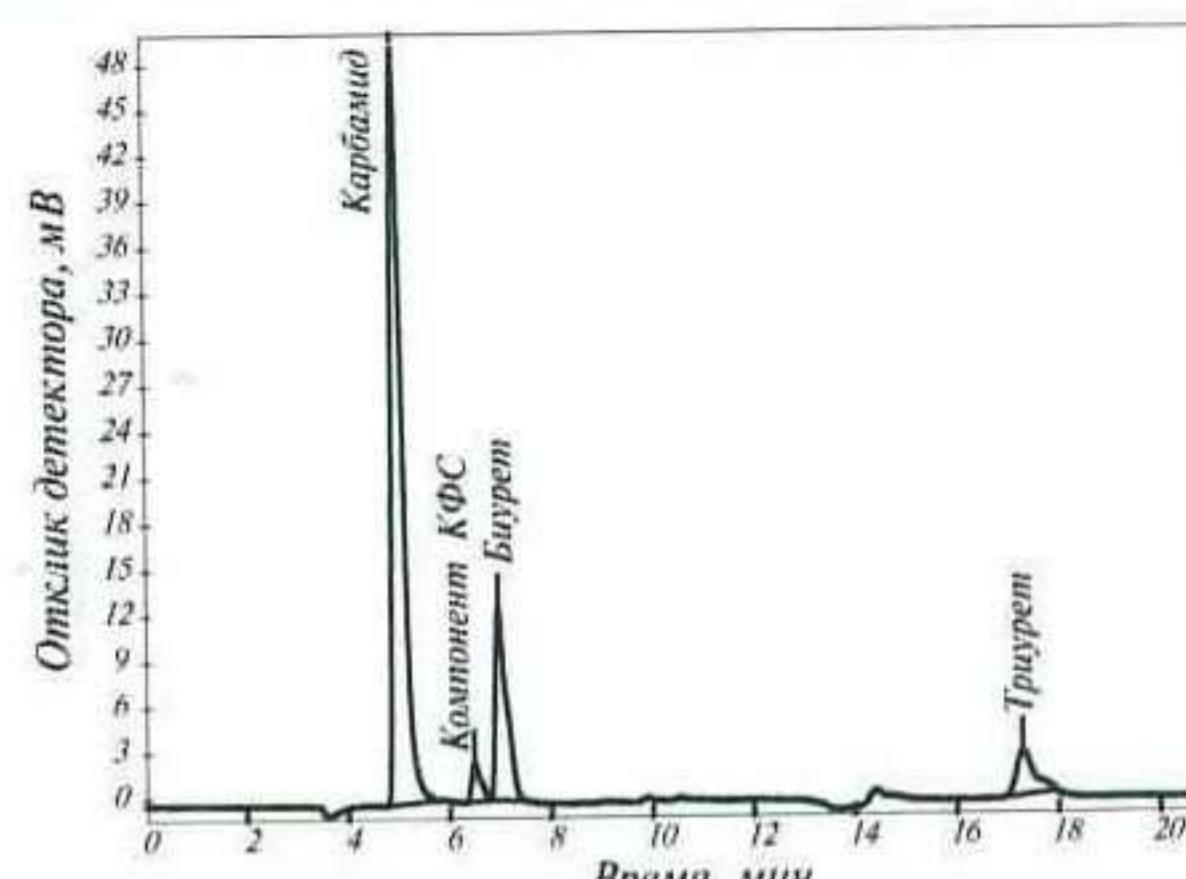


Рис. 2. Определение карбамида и биурета методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (образец – карбамид ОАО «Акрон»)

№	Время, мин	Высота, мВ	Площадь, мВ·мин	Концентрация	Ед. изм.	Компонент
1	4,959	49,574	11,932	98,300	%	Карбамид
2	6,482	2,518	0,519	0,200	%	Компонент КФС
3	6,976	12,688	3,151	0,830	%	Биурет
4	17,292	2,924	1,207	0,070	%	Триурет

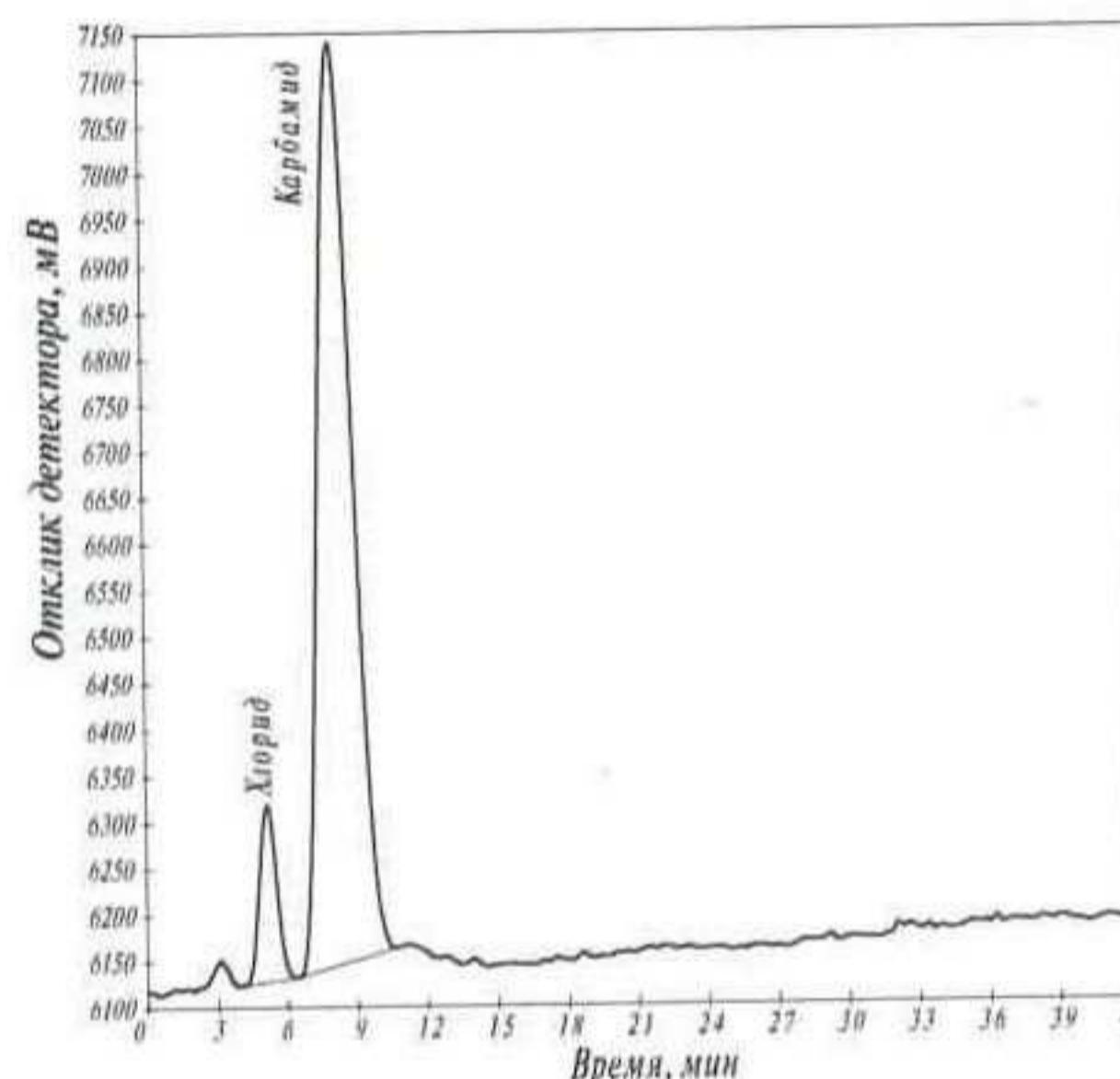


Рис. 3. Определение хлоридов в растворах карбамида методом ионной хроматографии (образец – 32,5% раствор карбамида)

В этом случае общее время выполнения анализа составляет 15 ч, при этом среди реагентов необходимо использовать такие опасные вещества, как нитрат ртути, концентрированная азотная кислота. При использовании метода ионной хроматографии время работы снижается до 2 ч 30 мин, использование опасных реагентов исключается (рис. 3).

ОАО «НИИК» приглашает к сотрудничеству по внедрению современных аналитических методов в практику аналитические службы предприятий и готово предложить свою методологическую и техническую помощь.

- ОАО «НИИК» предлагает своим заказчикам:
- методическое обеспечение производства карбамида (сборник методик) согласно ГОСТ Р 8.563-2009 «Методики (методы) измерений»;
 - методологическую и техническую помощь при внедрении новых аналитических методов при контроле производства;
 - поставку необходимого оборудования и приборов;
 - обучение инженеров-аналитиков новым методам анализа (на базе ОАО «НИИК» или на предприятии заказчика).

Мы открыты для диалога, давайте идти по этому пути вместе!