МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ EN 15959 – 2014

УДОБРЕНИЯ

Определение экстрагированного фосфора

(EN 15959:2011, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0–92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Порядок разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

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 секретариатом Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 5 декабря 2014 г. № 46–2014)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004– 97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова–Стандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 10 июня 2015 г. № 617-ст межгосударственный стандарт ГОСТ EN 15959–2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 марта 2016 г.

5 Настоящий стандарт идентичен европейскому региональному стандарту EN 15959:2011 Fertilizers - Determination of extracted phosphorous (Удобрения. Определение экстрагированного фосфора).

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

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры европейского регионального стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и европейских региональных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

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

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 соответствующая 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

Содержание

1 Область применения
2 Нормативные ссылки
3 Термины и определения
4 Сущность метода
5 Отбор и подготовка проб
6 Реактивы
7 Оборудование
8 Проведение анализа
8.1 Приготовление анализируемых растворов
8.2 Гидролиз
8.3 Взвешивание тигля
8.4 Осаждение
8.5 Фильтрование и промывание
8.6 Высушивание и взвешивание
8.7 Контрольный опыт
8.8 Подтверждение
9 Обработка результатов
10 Прецизионность
10.1 Межлабораторные испытания
10.2 Повторяемость
10.3 Воспроизводимость
11 Протокол испытаний
Приложение А (справочное) Статистические результаты межлабораторных испытаний
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным европейским региональным стандартам
Библиография

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УДОБРЕНИЯ

Определение экстрагированного фосфора

Fertilizers. Determination of extracted phosphorous

Дата введения 2016–03–01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания фосфора в экстрактах удобрений.

Настоящий метод применим для всех экстрактов удобрений при определении различных форм фосфора: фосфора, растворимого в минеральных кислотах, в воде, в растворе лимоннокислого аммония (далее цитрат аммония), в растворе лимонной кислоты с массовой долей 2 %, в растворе муравьиной кислоты с массовой долей 2 %.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного документа, для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения):

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

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

Издание официальное

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

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

3 Термины и определения

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

4 Сущность метода

После проведения гидролиза (при необходимости), фосфор осаждают в кислой среде в форме хинолинфосформолибдата.

После фильтрации и промывания осадок сушат при 250 °С и взвешивают.

Если для осаждения используют реагенты на основе молибдата натрия или молибдата аммония, то при выше упомянутых условиях соединения, которые могут находиться в растворе (органические и неорганические кислоты, ионы аммония, растворимые силикаты и пр.), не мешают определению.

5 Отбор и подготовка проб

Отбор проб не является частью метода, изложенного в настоящем стандарте. Отбор проб проводят по EN 1482-1.

Подготовку образцов проводят по с EN 1482-2. Для обеспечения гомогенности испытуемых образцов пробу мелко истирают.

6 Реактивы

6.1 Вода, дистиллированная или деминерализованная.

6.2 Концентрированная азотная кислота, ρ_{20}=1,40 г/см^3.

6.3 Приготовление растворов реактивов

6.3.1 Приготовление реактива на основе молибдата натрия

Раствор А: Растворяют 70 г дигидрата молибдата натрия в 100 см^3 дистиллированной воды.

Раствор В: Растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды 60 г моногидрата лимонной кислоты и добавляют 85 см^3 концентрированной азотной кислоты (6.2).

Раствор С: Для получения раствора С, раствор А смешивают с раствором В.

Раствор D: К 50 см^3 дистиллированной воды приливают 35 см^3 концентрированной азотной кислоты (6.2) затем приливают 5 см^3 свежеприготовленного хинолина. Полученный раствор смешивают с раствором С и оставляют на ночь в темноте. После этого доливают раствор до 500 см^3 дистиллированной водой, снова тщательно перемешивают и фильтруют через воронку с фильтром из спеченного стекла (7.7).

Для определения фосфора могут быть использованы как реактивы 6.3.1, так и 6.3.2. Оба реактива хранят в темноте в пластиковых бутылках закрытых пробками.

6.3.2 Приготовление реактива на основе молибдата аммония

Раствор А: Растворяют при медленном нагревании 100 г молибдата аммония в 300 см^3 дистиллированной воды, периодически помешивая.

Раствор В: Растворяют в 200 см^3 дистиллированной воды 120 г моногидрата лимонной кислоты и добавляют 170 см^3 концентрированной азотной кислоты (6.2).

Раствор С: К 70 см^3 концентрированной азотной кислоты (6.2) добавляют 10 см^3 свежедистиллированного раствора хинолина.

Раствор D: Медленно, хорошо размешивая, выливают раствор A в раствор B. После тщательного перемешивания добавляют раствор C и доводят водой до 1 дм³. Полученный раствор оставляют стоять 2 дня в темном месте, затем фильтруют через воронку с фильтром из спеченного стекла (7.7)..

Для определения фосфора могут быть использованы как реактив 6.3.1, так и 6.3.2. Оба реактива хранят в темноте в пластиковых бутылках закрытых пробками.

7 Оборудование

7.1 Стандартное лабораторное оборудование.

7.2 Колба Эрленмейера (коническая), с широким горлом, вместимостью 500 см³.

7.3 Градуированные пипетки вместимостью 10, 25 и 50 см³.

7.4 Фильтрующий тигель, с пористостью от 5 до 20 мкм.

7.5 Колба Бунзена (коническая с отводом).

7.6 Сушильная печь, обеспечивающая нагрев до 250 ± 10 °C.

7.7 Воронка с фильтром из спеченного стекла с пористостью от 5 до 20 мкм.

8 Проведение анализа

8.1 Приготовление анализируемых растворов

С помощью пипетки (7.3) отбирают аликвотную часть экстракта удобрения (см. таблицу 1), содержащую примерно 0,01 г P_2O_5 и переносят в колбу Эрленмейера (7.2). Добавляют 15 см³ концентрированной азотной кислоты (6.2) и доливают водой примерно до 100 см³. В случае если осаждаемый раствор содержит более 15 см³ раствора цитратов (нейтральных цитратов, основных цитратов Петерманна или Джоули), необходимо внести 21 см³ концентрированной азотной кислоты (6.2).

Таблица 1 – Определение аликвотной части растворов фосфатов

% P_2O_5 в удобрениях	% P в удобрениях	Проба для анализа, г	Разбавление до, $см^3$	Объем аликвотной части, $см^3$	Разбавление до, $см^3$	Объем осаждаемой пробы, $см^3$	Коэффициент пересчета хинолинфосфор-молибдата в % P_2O_5 (F)	Коэффициент пересчета хинолинфосфор-молибдата в % P (F)
От 5 до 10	От 2,2 до 4,4	1	500	–	–	50	32,074	13,984
		5	500	–	–	10	32,074	13,984
От 10 до 25	От 4,4 до 11,0	1	500	–	–	25	64,148	27,968
		5	500	50	500	50	64,148	27,968
Более 25	Более 11	1	500	–	–	10	160,370	69,921
		5	500	50	500	25	128,296	55,937

8.2 Гидролиз

Если в растворе предполагается наличие метафосфатов, пирофосфатов или полифосфатов, проводят гидролиз описанным ниже способом.

Медленно доводят содержимое колбы Эрленмейера (8.1) до кипения и оставляют при данной температуре до завершения гидролиза. Обычно, для завершения гидролиза требуется один час. Чтобы избежать потерь от разбрызгивания и чрезмерного испарения содержимого колбы, что может привести к уменьшению исходного объема более чем в два раза, необходимо установить обратный холодильник. После процедуры гидролиза доводят содержимое раствора дистиллированной водой (6.1) до первоначального объема.

8.3 Взвешивание тигля

Фильтрующий тигель (7.4) сушат не менее 15 мин при температуре 250±10 °С в сушильной печи (7.6), затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

8.4 Осаждение

Раствор в колбе Эрленмейера (7.2) нагревают до кипения. Затем начинают процедуру осаждения хинолинфосформолибдата. Для этого в колбу по капле

добавляют 40 см^3 осаждающих реагентов (6.3.1 или 6.3.2), при постоянном перемешивании. Для осаждения растворов фосфатов, содержащих более 15 см^3 раствора цитрата (нейтральные цитраты, цитраты по Петерманну или Джоули), которые были окислены 21 см^3 концентрированной азотной кислоты (см. 8.1), используют 80 см^3 осаждающего реагента. Помещают колбу Эрленмейера в паровую баню и оставляют на 15 минут, периодически помешивая. Раствор может быть отфильтрован как сразу, так и после охлаждения.

8.5 Фильтрование и промывание

Фильтруют раствор методом декантации с помощью вакуума. Промывают осадок в колбе Эрленмейера 30 см^3 дистиллированной воды (6.1). Затем снова промывают осадок и фильтруют раствор. Повторяют процесс пять раз. Количественно переносят оставшийся осадок в тигель, промывая его водой. Внутренние стенки тигля промывают четыре раза 20-тью см^3 воды, позволяя жидкости стекать из тигля до следующей порции воды. Осадок тщательно сушат.

8.6 Высушивание и взвешивание

Наружную часть тигля протирают фильтровальной бумагой, помещают тигель в сушильную печь (7.6) и выдерживают при температуре 250 ± 10 °С до постоянной массы (обычно в течение 15 мин). Охлаждают тигель в эксикаторе до температуры окружающей среды и быстро взвешивают.

8.7 Контрольный опыт

Для каждой серии определений, проводят контрольный опыт, применяя только реагенты и растворители в пропорциях, которые применялись при экстракции (растворы цитратов, и др.) и используют результаты контрольного опыта в расчете конечного результата

8.8 Контрольное определение

Проводят определение, в качестве образца для анализа используя раствор дигидрофосфата калия, содержащего 0,01 г P_2O_5.

9 Обработка результатов

Если образцы для анализа и разбавления берут в соответствии с таблицей 1, то массовую долю, w_P, %, вычисляют в соответствии с формулой

$$w_P = (m_1 - m_2)\, F' \qquad (1)$$

Если образцы для анализа и разбавления берут в соответствии с таблицей 1, то массовую долю, $w_{P_2O_5}$, %, вычисляют в соответствии с формулой

$$w_{P_2O_5} = (m_1 - m_2)\, F, \qquad (2)$$

где, m_1 – масса хинолинфосформолибдата, г;

m_2 – масса хинолинфосформолибдата, полученного в контрольном опыте, г;

F и F' – коэффициенты, взятые из двух последних колонок таблицы 1.

Если образцы для анализа и разбавления отличаются от указанных в таблице 1, то массовую долю, w_P, %, вычисляют в соответствии с формулой

$$w_P = \frac{(m_1 - m_2)\, f' D \cdot 100}{M} \qquad (3)$$

Если образцы для анализа и разбавления отличаются от указанных в таблице 1, то массовую долю, $w_{P_2O_5}$, %, вычисляют в соответствии с уравнением

$$w_{P_2O_5} = \frac{(m_1 - m_2)\, f\, D \cdot 100}{M} \qquad (4)$$

где m_1 – масса хинолинфосформолибдата, г;

m_2 – масса хинолинфосформолибдата, полученного в контрольном опыте, г;

f_{uf} – коэффициент пересчета хинолинфосформолибдата в P_2O_5 = 0,032 074 (f) или в P = 0,013984 (f);

D – коэффициент разбавления;

M – масса анализируемой пробы, г.

10 Прецизионность

10.1 Межлабораторные испытания

Межлабораторные испытания были проведены в 2008 году на основе методов экстракции в соответствии с CEN/TS 15956, CEN/TS 15957 и CEN/TS 15958. Количество участвовавших лабораторий и разных образцов экстрактов удобрений, указано в приложении А, таблицы А.1 – А.3. Повторяемость и воспроизводимость были рассчитаны в соответствии с ISO 5725-2.

Значения, полученные из данных межлабораторных испытаний могут быть неприменимы к диапазонам концентраций и составам растворов, отличным от указанных в приложении А.

10.2 Повторяемость

Абсолютная разница между двумя независимыми одиночными результатами испытаний, полученными с использованием одного метода, на одном испытательном материале, в одной лаборатории, одним оператором, использующим одно и то же оборудование, в течение короткого промежутка времени, не может превышать значения r, указанного в таблице 2 в более чем 5 % случаев.

10.3 Воспроизводимость

Абсолютная разница между двумя независимыми одиночными результатами испытаний, полученными с использованием одного метода, на одном испытательном материале, в разных лабораториях, разными операторами,

использующими разное оборудование, не может превышать значения R, указанного в таблице 2 в более чем 5 % случаев.

Таблица 2

Наименование показателя	x, %	r, %	R, %
Образец (экстракция в соответствии с CEN/TS 15956):			
NP (DAP)	46,51	0,35	1,17
NPK (16-16-8+4S)	16,13	0,21	0,41
TSP	49,35	0,48	1,38
Образец (экстракция в соответствии с CEN/TS 15957):			
NP (DAP)	46,22	0,24	1,07
NPK (16-16-8+4S)	16,08	0,18	0,41
TSP	48,34	0,33	1,09
Образец (экстракция в соответствии с CEN/TS 15958):			
NP (DAP)	42,72	0,31	2,34
NPK (16-16-8+4S)	14,22	0,18	0,38
TSP	46,56	0,41	2,04

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать, как минимум, следующую информацию:

a) всю информацию, необходимую для полной идентификации образца;

b) метод определения со ссылками на настоящий стандарт, а также примененный метод экстракции;

c) результат проведенных испытаний;

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

e) дату окончания анализа;

f) выполнялись ли при измерениях требования предела повторяемости;

g) все детали проводимого анализа, не описанные в данном документе или предлагаемые дополнительно, а так же детали любых происшествий во время проведения анализа, которые могут повлиять на результат.

Приложение А
(справочное)
Статистические результаты межлабораторных испытаний

Прецизионность метода была установлена в 2008 году Рабочей Группой 7 «Химический анализ» CEN/TC 260 «Fertilizers and liming materials»в межлабораторных испытаниях и рассчитана согласно ISO 5725-2. Результаты приведены в таблицах А1 , А2 и А3.

Таблица А.1 – Результаты испытаний при экстрагировании в соответствии CEN/TS 15956

Параметр	Образец		
	NP (DAP)	NPK (16-16-8+4S)	TSP
Количество участвующих лабораторий	17	20	18
Количество лабораторий после исключения выбросов (принятые результаты анализов)	16	20	18
Среднее значение $\bar{x}$, %	46,51	16,13	49,35
Стандартное отклонение повторяемости S_r,%	0,12	0,08	0,17
Относительное стандартное отклонение повторяемости RSD_r, %	0,27	0,50	0,30
Предел повторяемости, r, %	0,35	0,21	0,48
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R, %	0,42	0,15	0,49
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости RSD_R, %	0,90	0,90	1,00
Предел воспроизводимости, R, %	1,17	0,41	1,38

Таблица А.2 – Результаты испытаний при экстрагировании в соответствии CEN/TS 15957

Параметр	Образец		
	NP (DAP)	NPK (16-16-8+4S)	TSP
Количество участвующих лабораторий	17	20	18
Количество лабораторий после исключения выбросов (принятые результаты анализов)	14	20	14
Среднее значение x , %	46,22	16,08	48,34
Стандартное отклонение повторяемости S_r,%	0,09	0,06	0,12
Относительное стандартное отклонение повторяемости RSD_r, %	0,19	0,40	0,24
Предел повторяемости, r, %	0,24	0,18	0,33
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R, %	0,38	0,15	0,39
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости RSD_R, %	0,83	0,90	0,81
Предел воспроизводимости, R, %	1,07	0,41	1,09

Таблица А.3 – Результаты испытаний при экстрагировании в соответствии CEN/TS 15958

Параметр	Образец		
	NP (DAP)	NPK (16-16-8+4S)	TSP
Количество участвующих лабораторий	17	20	18
Количество лабораторий после исключения выбросов (принятые результаты анализов)	16	20	17
Среднее значение $\bar{x}$, %	42,72	14,22	46,56
Стандартное отклонение повторяемости S_r,%	0,11	0,06	0,15
Относительное стандартное отклонение повторяемости RSD_r, %	0,26	0,40	0,30
Предел повторяемости r, %	0,31	0,18	0,41
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R, %	0,84	0,14	0,73
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости RSD_R, %	1,96	1,00	1,60
Предел воспроизводимости R, %	2,34	0,38	2,04

Приложение ДА
(справочное)
Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным европейским региональным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
EN 1482-2:2007 Удобрения и известковые материалы. Отбор и подготовка проб. Часть 2. Подготовка проб	IDT	ГОСТ EN 1482-2–2013 Удобрения и известковые материалы. Отбор и подготовка проб. Часть 2. Подготовка проб
EN 12944-1:1999 Удобрения, известковые материалы, улучшители почвы. Словарь. Часть 1. Общие термины	—	*
EN 12944-2:1999 Удобрения, известковые материалы, улучшители почвы. Словарь. Часть 2. Термины относящиеся к удобрениям	—	*
EN ISO 3696:1995 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний (ИСО 3696:1987)	NEQ	ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного европейского регионального стандарта

Примечание – В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:

- IDT – идентичные стандарты;
- NEQ – неэквивалентные стандарты.

Библиография

[1] EN 1482-1, Fertilizers and liming materials — Sampling and sample preparation — Part 1. Sampling (Удобрения и известковые материалы. Отбор и подготовка проб. Часть 1: Отбор проб)

[2] CEN/TS 15956, Fertilizers — Extraction of phosphorus soluble in mineral acids (Удобрения. Экстракция фосфора, растворимого в минеральных кислотах)

[3] CEN/TS 15957, Fertilizers — Extraction of phosphorus which is soluble in neutral ammonium citrate (Удобрения. Экстракция фосфора растворимого в нейтральном цитрате аммония)

[4] CEN/TS 15958, Fertilizers — Extraction of water soluble phosphorus (Удобрение. Экстракция водорастворимого фосфора).

[5] ISO 5725-2, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results -- Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method [Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений]

[6] 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 I and Annex IV, method 2.3 (Распоряжение (ЕС) N2003/2003 Европейского Парламента и Совета Европейского Союза от 13 октября 2003 г. об удобрениях, метод 3.2)

УДК 631.82:006.354 МКС 65.080 IDT

Ключевые слова: удобрения, экстракция, определение содержания, фосфор методика проведения анализа, результат, неорганические кислоты, вода, лимонная кислота, муравьиная кислота, вычисление, прецизионность

Руководитель организации-разработчика
Директор ФГУП «ВНИЦСМВ» Д.О. Скобелев

Руководитель разработки
Зам. начальник отдела 121
ФГУП «ВНИЦСМВ» И.А. Косоруков

Ответственный исполнитель
Инженер отдела 121
ФГУП «ВНИЦСМВ» Т.В. Котова

gost.e-ecolog.ru