МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ EN 16032– 2015

УДОБРЕНИЯ

Экстракция и определение элементарной серы

(EN 16032:2011, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

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. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации материалов и технологий» (ФГУП «ВНИИ СМТ») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 527 «Химия»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 18 июня 2015 г. № 47-2015)

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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 24 июля 2015 г. № 983-ст межгосударственный стандарт

ГОСТ EN 16032—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июня 2016 г.

5 Настоящий стандарт идентичен европейскому региональному стандарту EN 16032:2011 Fertilizers - Extraction and determination of elemental sulfur (Удобрения. Экстракция и определение элементарной серы).

Европейский 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 европейский региональных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Федеральном фонде технических регламентов и стандартов..

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным 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 изменения и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в

сети Интернет

© Стандартинформ, 2015

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 измерений
9 Обработка результатов
10 Протокол испытаний
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным европейским региональным стандартам
Библиография

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

УДОБРЕНИЯ

Экстракция и определение элементарной серы

Fertilizers. Extraction and determination of elemental sulfur

Дата введения – 2016 – 06 – 01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод экстракции и определения элементарной серы, содержащейся в удобрениях.

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 - General terms (Удобрения и известковые материалы и улучшители почвы. Словарь. Часть 1. Общие термины)

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

3 Термины и определения

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

Издание официальное

4 Сущность метода

После удаления растворимых соединений, элементарная сера экстрагируется сероуглеродом с последующим гравиметрическим определением экстрагированной серы.

ВНИМАНИЕ – данный метод анализа предполагает использование сероуглерода (CS_2). Поэтому должны быть предприняты особые меры безопасности, в частности к:

- хранению CS_2;
- применению защитного оборудования для персонала;
- гигиене труда;
- предотвращению возгораний и взрывов;
- утилизации реагента.

Данный метод предназначен для лабораторий с подходящим оборудованием и высококвалифицированным персоналом.

5 Отбор и подготовка проб

Отбор проб не является частью методики, изложенной в настоящем документе. Отбор проб проводят в соответствии EN 1482-1.

Подготовка образцов осуществляется в соответствии с EN 1482-2. Для обеспечения однородности рекомендуется измельчение.

6 Реактивы

6.1 Сероуглерод

7 Оборудование

7.1 Экстракционная колба, вместимостью 100 $см^3$, с притертой стеклянной пробкой.

7.2 Экстрактор Сокслета, с подходящими фильтрующими элементами.

7.3 Ротационный вакуумный испаритель.

7.4 Электрическая печь, оснащенная вентилятором, обеспечивающая нагрев (90±2) °С.

7.5 Керамические чашки Петри, диаметром от 50 до 70 мм, высотой не более 50 мм.

7.6 Электроплита, с регулируемой температурой.

8 Проведение измерений

8.1 Масса пробы

5–10 г анализируемого образца (m) взвешивают с точностью до 1 мг и помещают в гильзу аппарата Сокслета (7.2).

8.2 Экстракция серы

Тщательно промывают части аппарата горячей водой для удаления всех растворимых соединений. Сушат в электрической печи (7.4) при 90 °С не менее 1 ч. Затем в аппарат Сокслета (7.2) помещают фильтр.

В колбу аппарата (7.1) помещают несколько стеклянных шариков и взвешивают (m_0), после чего в колбу наливают 50 см^3 сероуглерода.

Соединяют части аппарата и проводят экстракцию элементарной серы в течение 6 часов. Выключают нагрев и после охлаждения отсоединяют колбу. Подсоединяют колбу к вакуумному испарителю (7.3) и выпаривают до тех пор, пока содержимое колбы не затвердеет в пористую массу.

Сушат колбу в электропечи (7.4) при 90 °С (обычно достаточно 1 часа) до постоянной массы и взвешивают, записывая результат (m_1).

8.3 Определение чистоты элементарной серы

Некоторые вещества могут быть экстрагированы из сероуглерода вместе с элементарной серой. Чистоту элементарной серы определяют следующим образом:

Насколько возможно тщательно гомогенизируют содержимое колбы и отбирают 2-3 г серы, взвешенной с точностью до 1 мг (n). Взвешивают чашку Петри (m_2) и помещают в неё аликвотную часть. Затем помещают чашку Петри на плиту (7.6) и устанавливают температуру не более 220 °С, чтобы не допустить возгорания. Продолжают сублимацию в течение 3-4 часов до достижения постоянной массы (m_3)

Примечание – Будут удалены только те вещества, температуры кипения которых, ниже температуры электроплиты.

9 Обработка результатов

Массовую долю примеси элементарной серы в удобрении (S), w_{Si}, %, вычисляют по формуле

$$w_{Si} = \frac{(m_1 - m_0)}{m} 100 \quad (1)$$

Чистоту экстрагированной серы в удобрении, %, вычисляют по формуле

$$w_p = \frac{(m_3 - m_2)}{n} 100 \quad (2)$$

Массовую долю чистой элементарной серы в удобрении (S), w_{Sp}, %, вычисляют по формуле

$$w_{Sp} = \frac{(m_1 - m_0)(m_3 - m_2)}{mn} 100 \quad (3)$$

где m – масса анализируемого образца, г;

m_0 – масса колбы в аппарате Сокслета, г;

m_1 – масса колбы и неочищенной серы в аппарате Сокслета после сушки, г;

n – масса неочищенной серы, г

m_2 – масса чашки Петри, г

m_3 – масса чашки Петри после сублимации серы, г

10 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

a) все сведения, необходимые для полной идентификации пробы;

b) ссылку на настоящий стандарт;

c) результат проведенных испытаний;

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

e) дату окончания анализа;

f) выполнялись ли при измерениях требования предела повторяемости;

g) все операции, не указанные в методе или рассматривающиеся как дополнительные, которые могут повлиять на результаты.

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

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование европейского регионального 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—21013 Удобрения и известковые материалы. Отбор и подготовка проб. Часть 2: Подготовка проб
EN 12944-1:1999 Удобрения и известковые материалы и улучшители почвы. Словарь. Часть 1. Общие термины	—	*
EN 12944-2:1999 Удобрения и известковые материалы и улучшители почвы. Словарь. Часть 2. Термины, относящиеся к удобрениям	—	*

* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта.

Примечание – В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандарта:

- IDT – идентичный стандарт.

Библиография

[1] Распоряжение (ЕС) № 2003/2003 Европейского Парламента и Совета Европейского Союза от 13 октября 2003 об удобрениях, Официальный журнал L 304, 21.11.2003, стр. 1-194, Приложение I и приложение IV, метод 8.5 (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. 0001-0194, Annex I and Annex IV, method 8.5)

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

УДК 661.152:006.354 МКС 65.080 IDT

Ключевые слова: удобрения, химический анализ, определения содержания, экстракция, сера, проведение испытаний, расчет результатов

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

Руководитель разработки
Зам. начальника отдела 121
ФГУП «ВНИЦСМВ» В.М. Костылева

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

gost.e-ecolog.ru