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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ EN 15921— 2015

УДОБРЕНИЯ
Экстракция растворимого фосфора по Петерманну при 65 °С

(EN 15921:2011, 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
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 24 июля 2015 г. № 980-ст межгосударственный стандарт ГОСТ EN 15921—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июня 2016 г.

5 Настоящий стандарт идентичен европейскому региональному стандарту EN 15921:2011 Fertilizers - Extraction of soluble phosphorus according to Petermann at 65 °C (Удобрения. Экстракция растворимого фосфора по Петерманну при 65 °С).

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 проб
6 Реактивы
7 Оборудование
8 Проведение анализа
Библиография
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам

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 растворимого фосфора по Петерманну при 65 °С

Fertilizers. Extraction of soluble phosphorus according to Petermann at 65 °C

Дата введения – 2016 – 06 – 01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения фосфора, растворимого в щелочном растворе цитрата аммония.

Настоящий стандарт распространяется только на дигидрат гидроортофосфата кальция ($CaHPO_4 \cdot 2H_2O$).

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 – Vocabulary – Part 1: General terms (Удобрения и известковые материалы. Словарь. Часть 1. Общие термины)

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

Издание официальное

EN 15475:2009 Fertilizers - Determination of ammoniacal nitrogen (Удобрения. Определение аммонийного азота)

CEN/TC 15959, Fertilizers – Determination of extracted phosphorous (Удобрения. Определение экстрагированного фосфора) [1)]

3 Термины и определения

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

4 Сущность метода

Сущность метода заключается в экстрагировании фосфора при температуре 65 °С щелочным раствором цитрата аммония (раствор Петерманна).

5 Отбор проб

Отбор проб не является частью метода, установленного в настоящем стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приведен в EN 1482-1.

Подготовку проб осуществляют в соответствии с EN 1482-2. Для обеспечения однородности рекомендуется измельчение.

6 Реактивы

6.1 Вода, дистиллированная или деминерализованная с той же чистотой что и у дистиллированной воды.

6.2 Раствор Петерманна

6.2.1 Состав раствора Петерманна

Кислота лимонная моногидрат ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$), раствор с массовой концентрацией 173 г/дм^3

Аммиак, раствор с массовой концентрацией аммонийного азота 42 г/дм^3

Значение pH раствора 9,4–9,7

[1)] Действует стандарт EN 15959:2011, Fertilizers – Determination of extracted phosphorous (Удобрения. Определение экстрагированного фосфора).

6.2.2 Приготовление раствора Петерманна на основе цитрата аммония

В колбе вместимостью 5 дм³, заполненной примерно 3500 см³ воды (6.1), растворяют 931 г цитрата аммония (молекулярная масса 226,19). Соответствующее количество раствора аммиака добавляют небольшими порциями при постоянном перемешивании и охлаждают колбу с раствором на водяной бане с проточной водой. Для приготовления раствора аммиака плотностью d_{20}=0,906 г/см³ и массовой долей 20,81% в раствор добавляют 502 см³ аммонийного азота. Раствор охлаждают до температуры 20 °С, и доводят водой (6.1) до метки и тщательно перемешивают.

6.2.3 Приготовление раствора Петерманна на основе лимонной кислоты и аммиака

В колбе вместимостью 5 дм³, заполненной 2500 см³ воды (6.1), растворяют 865 г моногидрата лимонной кислоты. Соответствующее количество раствора аммиака добавляют небольшими порциями с помощью воронки, погруженной в раствор лимонной кислоты, постоянно перемешивая и охлаждая раствор на водяной бане. Для приготовления раствора аммиака плотностью d_{20} = 0,906 г/см³ и массовой долей 20,81% к раствору добавляют 1114 см³ нитрата аммония. Раствор охлаждают до температуры 20 °С, количественно переносят в колбу вместимостью 5 дм³, затем доводят водой (6.1) до метки и тщательно перемешивают.

6.2.4 Контроль содержания аммонийного азота в растворе

Отбирают 25 см³ раствора Петерманна и переносят в колбу вместимостью 250 см³. Доводят водой (6.1) до метки и тщательно перемешивают. Содержание аммонийного азота в полученном растворе определяют по EN 15475. Если раствор приготовлен правильно, то на титрование должно быть израсходовано 15 см³ серной кислоты молярной концентрацией $c(H_2SO_4)$ = 0,25 моль/дм³.

Если массовая концентрация нитрата аммония больше 42 г/дм³, то pH раствора регулируют продувкой инертным газом или осторожным нагреванием раствора для удаления избыточного NH_3 до значения pH раствора равного 9,7. После чего делают второе определение.

Если массовая концентрация нитрата аммония меньше 42 г/дм³, в раствор

добавляют массу M аммонийного азота, рассчитанную по формуле

$$M = (42 - n \cdot 2{,}8) \cdot \frac{500}{20{,}81}, \quad (1)$$

где n – объем серной кислоты молярной концентрации $c(H_2SO_4)$ = 0,25 моль/дм³, израсходованный на определение концентрации нитрата аммония, см³.

Или объем V аммонийного азота при температуре 20 °С, рассчитанный по формуле

$$V = \frac{M}{0{,}906}. \quad (2)$$

Если полученный по формуле (2) объем V меньше 25 см³, то порошкообразную лимонную кислоту массой равной (V·0,173) г добавляют непосредственно в колбу вместимостью 5 дм³.

Если полученный по формуле (2) объем V больше 25 см³, целесообразно дополнительно приготовить раствор реактива объемом 1 дм³ следующим образом:

Взвешивают 173 г лимонной кислоты и растворяют в 500 см³ воды. В соответствии с указанными мерами предосторожности добавляют не более (225+V·1206) см³ раствора аммиака, использованного для приготовления 5 дм³ реактива. После чего доводят раствор до метки водой и тщательно перемешивают.

Полученный раствор объемом 1 дм³ тщательно перемешивают с 4975 см³ раствора приготовленными раньше.

7. Оборудование

7.1 Стандартное лабораторное оборудование и стеклянная посуда.

7.2 Водяная баня, поддерживающая температуру (65 ± 1) °С.

7.3 Мерная колба вместимостью 500 см³, например, колба Штокмана.

7.4 Сухие гофрированные фильтры, свободные от фосфатов.

8. Проведение анализа

8.1 Масса пробы

1 г подготовленного анализируемого образца взвешивают с точностью до 0,001 г и переносят в мерную колбу (7.3).

8.2 Экстракция

В колбу с пробой добавляют 200 см^3 щелочного раствора цитрата аммония (6.2). Колбу закрывают пробкой и тщательно перемешивают содержимое, чтобы избежать образования комков и прилипание вещества к стенкам сосуда.

Колбу ставят на водяную баню при температуре 65 °С и в течение первых 30 мин перемешивают содержимое колбы каждые 5 мин. После каждого перемешивания открывают пробку для выравнивания давления. Уровень воды в бане должен быть выше уровня раствора в колбе. Колбу выдерживают в течение еще 1 ч на водяной бане при 65 °С и перемешивают каждые 10 минут. Затем колбу вынимают из водяной бани и охлаждают до 20 °С, после чего доводят содержимое колбы водой до 500 см^3. Содержимое колбы тщательно перемешивают и фильтруют через сухой гофрированный фильтр, свободный от фосфатов (7.4). Первую порцию фильтрата отбрасывают. Фильтрацию продолжают до тех пор, пока количества фильтрата не будет достаточно для определения содержания экстрагированного фосфора в соответствии с CEN/TS 15959.

Приложение ДА

(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование европейского 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 проб и подготовка проб. Часть 2: Подготовка проб
EN 12944-1:1999 Удобрения и известковые материалы. Словарь. Часть 1: Общие термины	—	*
EN 12944-2:1999 Удобрения и известковые материалы. Словарь. Часть 2: Термины, относящиеся к удобрениям	—	*
EN 15475:2009 Удобрения. Определение аммонийного азота	IDT	ГОСТ EN 15475—2013 Удобрения. Определение содержания аммонийного азота
EN 15959 Удобрения. Определение экстрагированного фосфора	IDT	ГОСТ EN 15959—2014 Удобрения. Определение экстрагированного фосфора

Окончание таблицы ДА.1

* 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 стандартов:

- IDT – идентичные 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] Regulation (EC) No 2003/2003 of the European Parliament and of the Council of 13 October 2003 relating to fertilizers, Official Journal L 304, 21/11/2003, h. 1—194, Annex IV, method 3.1.5.1 (Регламент (ЕС) № 2003/2003 Европейского парламента и Совета от 13 октября 2003 по удобрениям, Official Journal L 304, 21/11/2003, стр. 0001-0194, Приложение IV, метод 3.1.5.1)

УДК 661.152:006.354 МКС 65.080 IDT

Ключевые слова: удобрения, химический анализ, определения содержания, экстракция, фосфор, реактив Петерманна, проведение испытаний

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

Руководитель разработки
Заместитель начальника отдела 121
ФГУП «ВНИИ СМТ» В.М. Костылева

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

gost.e-ecolog.ru