МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ EN 16195— 2016

УДОБРЕНИЯ

Определение хлоридов при отсутствии органических веществ

(EN 16195:2013, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в 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 перевода на русский язык англоязычной версии указанного в пункте 5 стандарта

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

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 29 марта 2016 г. № 86–П)

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
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 08 сентября 2016 г. № 1098–ст межгосударственный стандарт ГОСТ EN 16195—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 марта 2017 г.

5 Настоящий стандарт идентичен европейскому региональному стандарту EN 16195:2013 «Удобрения. Определение хлоридов при отсутствии органических веществ» («Fertilizers – Determination of chlorides in the absence of organic material», IDT).

Европейский стандарт разработан Европейским комитетом по стандартизации CEN/TC260 «Удобрения и известковые материалы».

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных европейских региональных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 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 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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2016

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 Аппаратура

8 Проведение анализа

9 Обработка результатов измерений

10 Прецизионность

11 Протокол испытания

Приложение А (справочное) Статистические результаты межлабораторных испытаний

Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных европейских региональных стандартов ссылочным межгосударственным 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

Определение хлоридов при отсутствии органических веществ

Fertilizers. Determination of chlorides in the absence of organic materials

Дата введения — 2017 — 03 — 01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения хлоридов при отсутствии органических веществ. Метод применим ко всем удобрениям, в которых отсутствуют органические вещества.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

EN 1482-2:2007, 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 и 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 и улучшители почвы. Словарь. Часть 2. Термины, относящиеся к удобрениям)

3 Термины и определения

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

4 Сущность метода

Хлориды, растворенные в воде, осаждают в кислой среде избытком стандартного раствора нитрата серебра, избыток которого титруют раствором тиоцианата аммония в присутствии ферроаммонийсульфата (метод Фольгарда).

5 Отбор проб

Отбор проб не является частью метода настоящего стандарта. Рекомендуемый отбор проб представлен в [1].

Подготовка проб должна быть проведена в соответствии с EN 1482-2. Измельчение анализируемого образца рекомендуется для обеспечения его однородности.

6 Реактивы

Используют реактивы только известной степени чистоты.

6.1 Вода дистиллированная или деминерализованная, не содержащая хлоридов.

6.2 Нитробензол или диэтиловый эфир.

6.3 Азотная кислота, $c(HNO_3) = 10$ моль/дм^3.

6.4 Индикаторный раствор.

Растворяют 40 г ферро-аммонийсульфата $Fe_2(SO_4)_3 \cdot (NH_4)_2SO_4 \cdot 24H_2O$ в воде и доводят раствор до объема 1 дм^3.

6.5 Стандартный раствор нитрата серебра, *c* = 0,1 моль/дм^3

Приготовление: приблизительно 18 г нитрата серебра взвешивают, растворяют в воде и доводят раствор до объема 1 дм^3. Вводят коэффициент поправки до молярной концентрации c = 0,1 моль/дм^3, полученный при помощи титрования тиоцианатом аммония молярной концентрации точно c = 0,1 моль/дм^3.

Стандартный раствор нитрата серебра доступен в продаже и может быть использован взамен приготовляемого.

6.6 Стандартный раствор тиоцианата аммония, *c* = 0,1 моль/дм^3

Приготовление: тиоцианат аммония гигроскопичен и не может быть высушен без риска разложения, взвешивают его в количестве приблизительно 9 г, растворяют в воде и доводят раствор до объема 1 дм^3. Вводят коэффициент поправки до молярной концентрации c = 0,1 моль/дм^3, полученный при помощи титрования нитратом серебра молярной концентрации точно c = 0,1 моль/дм^3.

Стандартный раствор тиоцианата аммония доступен в продаже и может быть использован взамен приготовляемого.

7 Аппаратура

7.1 Стандартное лабораторное оборудование.

7.2 Ротационный встряхиватель с частотой вращения 35—40 мин$^{-1}$.

7.3 Бюретки.

7.4 Мерные колбы вместимостью 500 см^3 и 1000 см^3.

7.5 Коническая колба (колба Эрленмейера) вместимостью 250 см^3.

8 Проведение анализа

8.1 Приготовление раствора анализируемого образца

Помещают 5 г анализируемого образца, взвешенного с точностью до 0,001 г, в мерную колбу (7.4) и добавляют 450 см^3 воды (6.1). Перемешивают в течение 30 мин на встряхивателе (7.2), доводят до 500 см^3 водой (6.1), мешают и фильтруют в стакане.

8.2 Определение хлоридов

Берут аликвотную часть анализируемого раствора, содержащего не более чем 0,150 г хлоридов: например, 25 см^3 (0,25 г), 50 см^3 (0,5 г) или 100 см^3 (1 г). Если количество анализируемого раствора менее чем 50 см^3, необходимо довести объем водой до 50 см^3(6.1).

Добавляют 5 см^3 азотной кислоты (6.3), 20 см^3 индикаторного раствора (6.4) и две капли стандартного раствора тиоцианата аммония (6.6) (последний реагент добавляют из бюретки, установленной на нуль).

Добавляют стандартный раствор нитрата серебра из бюретки (7.3) до тех пор, пока избыток не будет 2—5 см^3. Добавляют 5 см^3 нитробензола или 5 см^3 диэтилового эфира (6.2) и хорошо перемешивают, чтобы выпал осадок. Избыток нитрата серебра титруют тиоцианатом аммония (6.6) до тех пор, пока он не окрасится в красно-коричневый цвет, который не исчезает при перемешивании раствора.

Примечание – Нитробензол или диэтиловый эфир (в первую очередь, нитробензол) препятствует реакции между хлоридом серебра и ионами тиоцианата. Таким образом, происходит явное изменение цвета.

8.3 Холостой опыт

Проводят холостой опыт (не включают анализируемый образец) при тех же условиях и учитывают его при расчете конечного результата.

8.4 Контрольный опыт

До проведения оценки проверяют точность метода, используя аликвотную часть свежеприготовленного раствора хлорида калия, таким образом, чтобы эта часть содержала известное количество хлорида калия, равное примерно 100 мг.

9 Обработка результатов измерений

Выражают результаты анализа в виде процентного содержания хлоридов в образце, полученном для анализа.

Массовую долю хлоридов (Cl^-) ω_{Cl}, %, вычисляют по формуле

$$\omega_{Cl} = 0{,}003546 \frac{(V_z - V_{cz}) - (V_a - V_{ca})}{M} 100, \quad (1)$$

где 0,003546 – количество хлоридов, соответствующее 1 см^3 раствора нитрата серебра с молярной концентрацией c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм^3;

V_z – объем раствора нитрата серебра молярной концентрацией c = 0,1 моль/дм^3, см^3;

V_{cz} – объем раствора нитрата серебра молярной концентрацией c = 0,1 моль/дм^3, израсходованный в холостом опыте, см^3;

V_a – объем раствора тиоцианата аммония молярной концентрацией c = 0,1 моль/дм^3, см^3;

V_{ca} – объем раствора тиоцианата аммония молярной концентрацией c = 0,1 моль/дм^3, израсходованный в холостом опыте, см^3;

M – масса анализируемого образца, г.

10 Прецизионность

10.1 Межлабораторные испытания

Межлабораторные испытания были проведены в 2009 г. при участии различного количества лабораторий и двух различных образцов. Повторяемость и

воспроизводимость были рассчитаны в соответствии с ISO 5725–2.

Значения, полученные с помощью этих межлабораторных испытаний, не могут быть применены к концентрационным пределам и формам, которые отличаются от приведенных в приложении А.

10.2 Повторяемость

Абсолютное расхождение между двумя результатами независимых испытаний, полученными одним и тем же методом на идентичных объектах испытаний в одной и той же лаборатории одним и тем же исполнителем с использованием одного и того же оборудования в течение короткого промежутка времени, будет не более чем в 5 % случаев превышать значения пределов повторяемости *r*, приведенных в таблице 1.

10.3 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между двумя результатами независимых испытаний, полученными одним и тем же методом на идентичных объектах испытаний в разных лабораториях разными исполнителями с использованием разного оборудования, будет не более чем в 5 % случаев превышать значения пределов воспроизводимости *R*, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 – Среднеарифметические значения, пределы повторяемости и воспроизводимости

В процентах

Образец	$\bar{x}$	*r*	*R*
Patent kali	2,781	0,066	0,284
NPK2 (12-11-18+4+8)	0,478	0,076	0,312

11 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

a) всю информацию, необходимую для полной идентификации образца;

b) метод анализа, используемый со ссылкой на настоящий стандарт;

c) полученные результаты анализа;

d) дату проведения отбора и подготовки проб (если известна);

e) дату окончания анализа;

f) было ли выполнено требование предела повторяемости;

g) все детали операций, не указанные в настоящем стандарте или рассматриваемые как дополнительные, а также сведения о любых случаях, которые имели место во время выполнения метода и которые могли повлиять на результат(ы) анализа.

Приложение А

(справочное)

Статистические результаты межлабораторных испытаний

Прецизионность метода была определена в 2009 г. Рабочей группой № 7 «Химический анализ» Технического комитета CEN 260 «Удобрения и известковые материалы» в межлабораторных испытаниях в соответствии с ISO 5725-2. Статистические результаты приведены в таблице А.1.

Таблица А.1 – Статистические результаты межлабораторных испытаний

Наименование параметра	Образец	
	Patent kali	NPK2 (12-11-18+4+8)
Число задействованных лабораторий	14	13
Число лабораторий после исключения выбросов (принятые результаты анализа)	11	13
Среднеарифметическое значение $\bar{x}$, %	2,781	0,478
Стандартное отклонение повторяемости S_r, %	0,024	0,027
RSD_r, %	0,9	6,0
Предел повторяемости r, %	0,066	0,076
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R, %	0,101	0,111
RSD_R, %	3,6	23,0
Предел воспроизводимости R, %	0,284	0,312

Приложение ДА

(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных европейских региональных стандартов ссылочным межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного европейского регионального стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
EN 1482-2:2007	IDT	ГОСТ EN 1482-2—2013 «Удобрения и известковые материалы. Отбор и подготовка проб. Часть 2. Подготовка проб»
EN 12944-1:1999	—	*
EN 12944-2:1999	—	*

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного европейского регионального 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] ISO 5725–2 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 2: Sampling

[Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Отбор проб]

[3] 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. P. 0001—0194, Annex I and Annex IV, method 6.1

[Правила (ЕС) № 2003/2003 Европейского парламента и совета от 13 октября 2003 г., относящийся к удобрениям, официальный журнал L 304, 21/11/2003 стр. 1—194), приложение I и приложение IV, метод 6.1]

УДК 631.82:006.354 МКС 65.080 IDT

Ключевые слова: удобрения, определение хлоридов, отсутствие органических веществ

Руководитель разработки
Зам. начальника отдела 11
ФГУП «ВНИИ СМТ» И.А. Косоруков

Ответственный исполнитель
Инженер отдела 11
ФГУП «ВНИИ СМТ» А.С. Кузьмина

gost.e-ecolog.ru