МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ EN 16199— 2016

УДОБРЕНИЯ

Определение экстрагированного натрия методом пламенно-эмиссионной спектрометрии

(EN 16199:2013, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

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 англоязычной версии 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 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. № 1099–ст межгосударственный стандарт ГОСТ EN 16199—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 марта 2017 г.

5 Настоящий стандарт идентичен европейскому региональному стандарту EN 16199:2013 «Удобрения. Определение экстрагированного натрия методом пламенно-эмиссионной спектрометрии» («Fertilizers – Determination of the sodium extracted by flame-emission spectrometry», IDT).

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

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.

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

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 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, 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 Приготовление анализируемого раствора .....

9 Проведение анализа .....

10 Обработка результатов измерений .....

11 Прецизионность .....

12 Протокол испытания.....

Приложение А (справочное) Статистические результаты межлабораторных испытаний.....

Библиография .....

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

Определение экстрагированного натрия методом пламенно-эмиссионной спектрометрии

Fertilizers. Determination of the sodium by flame-emission spectrometry

Дата введения — 2017 — 03 — 01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения натрия, содержащегося в экстрактах удобрения с помощью пламенно-эмиссионной спектрометрии.

Данный метод применим ко всем удобрениям, для которых требуется описание содержания натрия в соответствии с [3].

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного документа. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения).

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)

Издание официальное

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)

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)

EN 15960 Fertilizers – Extraction of total calcium, total magnesium, total sodium and total sulfur in the forms of sulfates (Удобрения. Экстракция общего кальция, общего магния, общего натрия и общей серы в форме сульфатов)

EN 15961 Fertilizers – Extraction of water soluble calcium, magnesium, sodium and sulfur in the form of sulfates (Удобрения. Экстракция растворимых в воде кальция, магния, натрия и серы в форме сульфатов)

3 Термины и определения

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

4 Сущность метода

Выполняют необходимое разбавление экстракта, полученного в соответствии с EN 15960 или EN 15961, содержание натрия в растворе определяют с помощью пламенно-эмиссионной спектрометрии.

5 Отбор проб

Отбор проб не является частью метода настоящего стандарта. Рекомендуемый отбор проб представлен в EN 1482-1 [1].

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

6 Реактивы

6.1 Разбавленная соляная кислота

Смешивают один объем соляной кислоты (ρ_{20} = 1,18 г/см^3) и один объем воды.

6.2 Нитрат алюминия, $Al(NO_3)_3 9H_2O$.

6.3 Хлорид цезия, CsCl.

6.4 Хлорид натрия, NaCl, не содержащий воды.

6.5 Раствор хлорида цезия и нитрата алюминия

Растворяют в дистиллированной или деионизированной воде 50 г хлорида цезия (6.3) и 250 г нитрата алюминия (6.2) в мерной колбе (7.2). Доводят до метки водой и перемешивают.

6.6 Стандартный раствор ионов натрия с массовой концентрацией ρ (Na) = 1 мг/см^3

Растворяют в дистиллированной или деионизированной воде 2,542 г хлорида натрия (6.4) в мерной колбе (7.2). Добавляют 10 см^3 соляной кислоты (6.1). Доводят до метки водой и перемешивают.

6.7 Градуировочные растворы

6.7.1 Помещают 10 см^3 стандартного раствора (6.6) в мерную колбу (7.3). Доводят до метки дистиллированной или деионизированной водой и перемешивают. Массовая концентрация ионов натрия в полученном растворе ρ (Na) = 40 мкг/см^3.

6.7.2 Помещают 0 см^3, 5 см^3, 10 см^3, 15 см^3, 20 см^3, 25 см^3 промежуточного раствора (6.7.1) в мерные колбы (7.4). Добавляют 10 см^3 раствора хлорида цезия и нитрата алюминия (6.5).

Доводят до метки дистиллированной или деионизированной водой и перемешивают. Массовая концентрация ионов натрия в полученных растворах составляет ρ (Na) = 0 мкг/см³, 2 мкг/см³, 4 мкг/см³, 6 мкг/см³, 8 мкг/см³ и 10 мкг/см³ соответственно.

7 Аппаратура

7.1 Пламенно-эмиссионный спектрометр, установленный на 589,3 нм.

7.2 Мерная колба вместимостью 1000 см³.

7.3 Мерная колба вместимостью 250 см³.

7.4 Мерная колба вместимостью 100 см³.

8 Приготовление анализируемого раствора

В зависимости от ожидаемого содержания натрия в экстрактном растворе в соответствии с EN 15960 или EN 15961 (5 г удобрения в 500 см³), проводят разбавления в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1 – Приготовление анализируемого раствора

Na_2O, %	Na,%	Промежуточное разбавление		Окончательное разбавление		Степень разбавления
		Образец v_2, см³	Объем разбавления v_3, см³	Образец v_4, см³	Объем разбавления v_1, см³	
3—5	2,2—3,7	10	50	10	100	50
5—10	3,7—7,4	10	100	10	100	100
10—20	7,4—15	10	100	5	100	200
20—38	15—28	5	100	5	100	400

Доводят промежуточный раствор до метки дистиллированной или деионизированной водой. Для окончательного разбавления, добавляют 10 см³ раствора (6.5) в мерную колбу (7.4).

Для анализируемого образца массой 1 г увеличивают объем окончательного разбавления v_4 в 5 раз.

9 Проведение анализа

Подготавливают спектрометр (7.1) для анализа при длине волны 589,3 нм. Калибруют инструменты, измеряя чувствительность градуировочных растворов (6.7.2). Затем настраивают всю шкалу чувствительности, при использовании наиболее концентрированного калибровочного раствора. Затем измеряют чувствительность анализируемого раствора (7.1). Повторяют процедуру три раза.

10 Обработка результатов измерений

Рисуют график градуировки, откладывая среднеарифметическое значение показаний спектрометра для каждого градуировочного раствора вдоль оси ординат и соответствующие концентрации на оси абсцисс, мкг/см³. Используя график градуировки, определяют концентрацию натрия анализируемого раствора. Рассчитывают количество натрия в стандартных растворах с учетом уровней разбавления. Выражают результаты как массовую долю образца, %.

Массовую долю Na w_{Na}, %, вычисляют по формуле

$$w_{Na} = x\frac{v_3 v_1 10^{-2}}{v_4 v_2 m} \quad (1)$$

Массовую долю Na_2O w_{Na_2O}, %, вычисляют по формуле

$$w_{Na_2O} = w_{Na} 1{,}348, \quad (2)$$

где x – массовая концентрация раствора, введенного в спектрометр, мкг/см³;

v_3 – объем промежуточного разбавления, см^3;

v_1 – объем экстрактного раствора, см^3;

v_4 – аликвотный объем окончательного разбавления, см^3;

v_2 – аликвотный объем в промежуточном разбавлении, см^3;

m – масса образца, г.

11 Прецизионность

11.1 Межлабораторные испытания

Межлабораторные испытания были проведены в 2007 и 2009 гг. при участии различных количеств лабораторий и несколькими различными образцами (см. таблицы А.1—А.2). 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.

11.2 Повторяемость

Абсолютное расхождение между двумя результатами независимых межлабораторных 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 предела повторяемости r, приведенные в таблицах 2 и 3.

11.3 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между двумя результатами независимых межлабораторных 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 предела воспроизводимости R, приведенных в таблицах 2 и 3.

Таблица 2 – Результаты межлабораторных испытаний 2007 г.

В процентах

Образец	Метод экстракции	$\bar{x}$	r	R
KALI ROH	EN 15960	30,2	0,9	4,4
	EN 15961	29,8	0,44	1,4
NPK1:20+0+8+Na	EN 15960	0,56	0,08	0,3
	EN 15961	0,52	0,04	0,12

Таблица 3 – Результаты межлабораторных испытаний 2009 г

В процентах

Образец	Метод экстракции	x	r	R
NPK:12-12-17S+2	EN 15961	5,46	0,22	0,22
	EN 15961	5,73	0,39	1,85

12 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

a) всю информацию, необходимую для полной идентификации образца;

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

c) метод подготовки экстрактного раствора (EN 15960 или EN 15961);

d) полученные результаты анализа;

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

f) дату окончания анализа;

g) было ли выполнено требование предела повторяемости;

h) все детали операций, не указанные в настоящем документе 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 2007 и 2009 гг. Рабочей Группой № 7 «Химический анализ» Технического Комитета CEN 260 «Удобрения и известковые материалы» в нескольких межлабораторных испытаниях, рассчитанных в соответствии с ISO 5725-2. Статистические результаты приведены в таблицах А.1—А.2.

Таблица А.1 – Статистические результаты межлабораторных испытаний в 2007

Параметр	Образец			
	KAU ROH		NPK1:20+0+8+Na	
Метод экстракции	EN 15960	EN 15961	EN 15960	EN 15961
Количество задействованных лабораторий	11	10	9	9
Количество лабораторий после исключения выбросов (принятые результаты анализа)	8	7	7	8
Среднеарифметическое значение x, %	30,2	29,8	0,56	0,52
Стандартное отклонение повторяемости s_r, %	0,3	0,16	0,03	0,01
RSD_r %	1,0	0,5	5,0	3,0
Предел повторяемости r, %	0,9	0,44	0,08	0,04
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R, %	1,6	0,5	0,1	0,04
RSD_R, %	5,2	1,7	17,0	8,0
Предел воспроизводимости R, %	4,4	1,4	0,3	0,12

Таблица А.2 – Статистические результаты межлабораторных испытаний в 2009

Параметр	Образец	
	NPK:12-12-17S+2	
Метод экстракции	EN 15960	EN 15961
Количество задействованных лабораторий	5	5
Количество лабораторий после исключения выбросов (принятые результаты анализа)	4	5
Среднеарифметическое значение $\bar{x}$, %	5,46	5,73
Стандартное отклонение повторяемости s_r, %	0,08	0,14
RSD_r, %	1,0	2,0
Предел повторяемости r, %	0,22	0,39
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R, %	0,08	0,66
RSD_R, %	1,0	12,0
Предел воспроизводимости R, %	0,22	1,85

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 8.10 (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 8.10)

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 проб и подготовка проб. Часть 2. Подготовка проб»
EN 12944-1:1999	—	*
EN 12944-2:1999	—	*
EN 15960:2011	IDT	ГОСТ EN 15960—2014 «Удобрения. Экстракция общего кальция, общего магния, общего натрия и общей серы в форме сульфатов»
EN 15961:2011	IDT	ГОСТ EN 15961—2014 «Удобрения. Экстракция растворимых в воде кальция, магния, натрия и серы в форме сульфатов»

Окончание таблицы ДА.1

Обозначение ссылочного европейского регионального стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык европейского регионального стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов. Примечание – В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов: IDT – идентичные стандарты.		

УДК 631.82:006.354 МКС 65.080 IDT

Ключевые слова: удобрения, определения натрия, экстрагированный натрий, пламенно-эмиссионная спектроскопия

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