МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ EN 16196— 2016

УДОБРЕНИЯ

Маганиметрическое определение экстрагированного кальция после осаждения в форме оксалата

(EN 16196:2012, 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—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «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 28 июня 2016 г. № 49–2016)

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
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 14 сентября 2016 г № 1125-ст межгосударственный стандарт

ГОСТ EN 16196—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2017 г.

5 Настоящий стандарт идентичен европейскому региональному стандарту EN 16196:2012 «Удобрения. Манганиметрическое определение экстрагированного кальция после осаждения в форме оксалата» («Fertilizers – Manganimetric determination of extracted calcium following precipitation in the form of oxalate», 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 (*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 Отбор проб

5 Сущность метода

6 Реактивы

7 Аппаратура

8 Подготовка анализируемого образца

9 Проведение анализа

9.1 Приготовление оксида кальция

9.2 Титрование осадка оксалата

10 Обработка результатов

11 Прецизионность

11.1 Межлабораторные испытания

11.2 Повторяемость

11.3 Воспроизводимость

12 Протокол испытаний

Приложение А (справочное) Статистические результаты межлабораторных испытаний

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

Манганиметрическое определение экстрагированного кальция после осаждения в форме оксалата

Fertilizers. Manganimetric determination of extracted calcium following precipitation in the form of oxalate

Дата введения — 2017 — 07 — 01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает манганиметрический метод определения содержания кальция в экстрактах удобрения.

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)

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)

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 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.

5 Сущность метода

Осадок кальция, содержащийся в аликвоте экстрактного раствора в форме оксалата, определяют титрованием, используя перманганат калия.

6 Реактивы

6.1 Разбавленная соляная кислота, один объем соляной кислоты, $\rho = 1{,}18$ г/см^3, и один объем воды.

6.2 Серная кислота, разбавленная 1:10, один объем серной кислоты, $\rho = 1{,}84$ г/см^3, и 10 объемов воды.

6.3 Раствор аммиака, разбавленный 1:1, один объем аммиака, $\rho = 0{,}88$ г/см^3, и 1 объем воды.

6.4 Оксалат аммония, $[(NH_4)_2C_2O_4H_2O]$, насыщенный раствор при температуре окружающей среды массовой концентрацией 40 г/дм^3.

6.5 Лимонная кислота, раствор массовой долей 30 %.

6.6 Хлорид аммония, раствор массовой долей 5 %.

6.7 Бромтимоловый синий, раствор массовой долей 0,1 % в 95 % этаноле.

6.8 Бромкрезоловый зеленый, раствор массовой долей 0,04 % в 95 % этаноле.

6.9 Стандартный раствор перманганата калия, молярной концентрацией $c = 0{,}02$ моль/дм^3.

7 Аппаратура

7.1 Фильтрующий тигель из пористого стекла пористостью от 5 до 20 мкм.

7.2 Водяная баня.

7.3 Мерный стакан вместимостью 400 см^3.

8 Подготовка анализируемого образца

Используя пипетку, берут аликвотную часть экстрактного раствора, полученного в соответствии с EN 15960 или EN 15961, содержащего от 15 до 50 мг Ca, что соответствует от 21 до 70 мг CaO. Объем этой аликвоты – v_2. Переносят в стакан (7.3). Если необходимо, раствор нейтрализуют до перехода окраски

индикатора из зеленой в синюю добавлением нескольких капель раствора аммиака (6.3).

Добавляют 1 см³ раствора лимонной кислоты (6.5) и 5 см³ раствора хлорида аммония (6.6).

9 Проведение анализа

9.1 Приготовление оксалата кальция

К раствору (см. раздел 8) добавляют приблизительно 100 см³ воды, доводят раствор до кипения, добавляют 8—10 капель раствора индикатора (6.8) и медленно 50 см³ горячего раствора оксалата аммония (6.4). Если выпадает осадок, его растворяют, добавляя несколько капель соляной кислоты (6.1). Полученный раствор очень медленно нейтрализуют раствором аммиака (6.3) до pH 4,4—4,6 при постоянном помешивании до перехода окраски индикатора (6.8) из зеленой в синюю. Помещают стакан в кипящую водяную баню (7.2) примерно на 30 мин. Убирают стакан из ванны, оставляют отстояться в течение 1 ч и фильтруют через тигель (7.1).

9.2 Титрование осадка оксалата

Моют стакан и тигель до тех пор, пока избыток оксалата аммония не будет полностью удален (проверяют при помощи определения отсутствия хлорид-ионов в промывных водах). Помещают тигель в стакан (7.3) и растворяют осадок в 50 см³ горячей серной кислоты (6.2). Добавляют воду в стакан, чтобы получить объем приблизительно 100 см³. Доводят до температуры 70—80 °С и титруют раствором перманганата калия (6.9) до тех пор, пока розовый цвет не сохранится в течение минуты. Это объем v.

10 Обработка результатов

Массовую долю кальция (Ca) ω_{Ca} в анализируемом удобрении, %, вычисляют

по формуле

$$\omega_{Ca} = V0{,}2004\frac{it}{0{,}02}\frac{V_1}{V_2 m} \quad , \qquad (1)$$

где v – объем израсходованного перманганата, см^3;

t – молярная концентрация раствора перманганата калия, моль/дм^3;

v_1 - объем экстрактного раствора, см^3;

v_2 – аликвотный объем, см^3;

m – масса анализируемого образца, г.

CaO (%) = Ca (%)·1,400

11 Прецизионность

11.1 Межлабораторные испытания

Межлабораторные испытания были проведены в 2007 и 2009 гг. при участии различных лабораторий и с использованием нескольких различных образцов (см. таблицы А.1—А.4). Повторяемость и воспроизводимость были рассчитаны в соответствии с [2].

Значения, полученные с помощью данных 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 единичных анализов, 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, приведенные в таблицах 1, 2.

11.3 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между двумя результатами независимых единичных анализов, 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 воспроизводимости *R*, приведенных в таблицах 1, 2.

Таблица 1 – Результаты межлабораторных испытаний 2007 г. В процентах

Образец	Метод экстракции	x	r	R
CAN	EN 15960	6,39	0,19	1,13
	EN 15961	2,49	0,38	1,85
NPK1:23-4-13+7SO3	EN 15960	0,51	0,08	0,43
	EN 15961	0,36	0,07	0,31
NPK2:12-11-18+2+8	EN 15960	3,49	0,15	1,20
	EN 15961	0,53	0,10	0,49

Таблица 2 – Результаты межлабораторных испытаний 2009 г. В процентах

Образец	Метод экстракции	x	r	R
CAN	EN 15960	6,20	0,25	1,2
	EN 15961	2,61	0,19	4,05
NPK:12-12-17S+2	EN 15961	5,80	0,13	0,74
	EN 15961	3,52	0,27	3,93

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 при проведении испытаний и которые могли повлиять на результат(ы) анализа.

Приложение А

(справочное)

Статистические результаты межлабораторных испытаний

Точность метода была определена в 2007 и 2009 гг. рабочей группой № 7 «Химический анализ» техническим комитетом CEN 260 «Удобрения и известковые материалы» в нескольких межлабораторных исследованиях, рассчитанных в соответствии с [2]. Статистические результаты приведены в таблицах А.1–А.4.

Таблица А.1 – Статистические результаты межлабораторных испытаний в 2007 г. – Метод экстракции по EN 15960

Наименование параметра	Образец		
	CAN	NPK1:23-4-13+7SO3	NPK2:12-11-18+2+8
Число задействованных лабораторий	14	11	13
Число лабораторий после исключения выбросов (принятые результаты анализа)	12	11	13
Среднеарифметическое значение $\bar{x}$, %	6,39	0,51	3,49
Стандартное отклонение повторяемости S_r, %	0,07	0,03	0,06
RSD_r, %	1,1	6,0	1,6
Предел повторяемости r, %	0,19	0,08	0,15
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R, %	0,40	0,15	0,43
RSD_R, %	6,3	30,0	12,3
Предел воспроизводимости R, %	1,13	0,43	1,20

Примечание – В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения:

RSD_r – относительное стандартное отклонение повторяемости

RSD_R – относительное стандартное отклонение воспроизводимости

Таблица А.2 – Статистические результаты межлабораторных испытаний в 2007 г. – Метод экстракции по EN 15961

Наименование параметра	Образец		
	CAN	NPK1:23-4-13+7SO3	NPK2:12-11-18+2+8
Число задействованных лабораторий	14	10	12
Число лабораторий после исключения выбросов (принятые результаты анализа)	14	10	12
Среднеарифметическое значение $\bar{x}$, %	2,49	0,36	0,53
Стандартное отклонение повторяемости S_r, %	0,14	0,02	0,03
RSD_r, %	5,0	6,0	7,0
Предел повторяемости r, %	0,38	0,07	0,10
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R, %	0,66	0,11	0,18
RSD_R, %	27,0	31,0	33,0
Предел воспроизводимости R, %	1,85	0,31	0,49
Примечание – В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения: RSD_r – относительное стандартное отклонение повторяемости RSD_R – относительное стандартное отклонение воспроизводимости			

Таблица А.3 – Статистические результаты межлабораторных испытаний в 2009 г. – Метод экстракции по EN 15960

Наименование параметра	Образец	
	CAN	NPK:12-12-17S+2
Число задействованных лабораторий	12	12
Число лабораторий после исключения выбросов (принятые результаты анализа)	12	10
Среднеарифметическое значение $\bar{x}$, %	6,20	5,80
Стандартное отклонение повторяемости S_r, %	0,09	0,05
RSD_r, %	1,4	0,8
Предел повторяемости r, %	0,25	0,13

Окончание таблицы А.3

Наименование параметра	Образец	
	CAN	NPK:12-12-17S+2
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R, %	0,43	0,26
RSD_R, %	6,9	4,5
Предел воспроизводимости R, %	1,2	0,74
Примечание – В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения: RSD_r – относительное стандартное отклонение повторяемости RSD_R – относительное стандартное отклонение воспроизводимости		

Таблица А.4 – Статистические результаты межлабораторных испытаний в 2009 г. – Метод экстракции по EN 15961

Наименование параметра	Образец	
	CAN	NPK:12-12-17S+2
Число задействованных лабораторий	12	12
Число лабораторий после исключения выбросов (принятые результаты анализа)	10	12
Среднеарифметическое значение $\bar{x}$, %	2,61	3,52
Стандартное отклонение повторяемости S_r, %	0,07	0,10
RSD_r, %	3,0	3,0
Предел повторяемости r, %	0,19	0,27
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R, %	1,45	1,40
RSD_R, %	55,0	40,0
Предел воспроизводимости R, %	4,05	3,93
Примечание – В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения: RSD_r – относительное стандартное отклонение повторяемости RSD_R – относительное стандартное отклонение воспроизводимости		

Приложение ДА

(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных европейских региональных стандартов 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 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 8.6 [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 8.6]

УДК 631.82:006.354 МКС 65.080 IDT

Ключевые слова: удобрения, манганиметрическое определение кальция, экстрагированный кальций, осаждение, оксалат

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