ГОСТ 26712—94

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УДОБРЕНИЯ ОРГАНИЧЕСКИЕ

ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ К МЕТОДАМ АНАЛИЗА

Издание официальное

БЗ 12—92/1213

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ,
МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАН Центральным научно-исследовательским институтом агрохимического обслуживания сельского хозяйства

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 6—94 от 21 октября 1994 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Белстандарт
Республика Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 1 марта 1995 г. № 89 межгосударственный стандарт ГОСТ 26712—94 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1996 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 26712—85

© Издательство стандартов, 1995

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

УДК 631.86 : 006.354 Группа Л19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УДОБРЕНИЯ ОРГАНИЧЕСКИЕ

Общие требования к методам анализа

ГОСТ 26712—94

Organic fertilizers. General requirements for methods of analysis

ОКСТУ 2102

Дата введения 01.01.96

Настоящий стандарт распространяется на органические удобрения и устанавливает общие требования к методам химического, микробиологического, радиационного анализа.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ К ОТБОРУ, ХРАНЕНИЮ И ПОДГОТОВКЕ ПРОБ К АНАЛИЗУ

1.1. Отбор проб органических удобрений для анализа химического состава должен проводиться с учетом требований нормативно-технической документации на конкретные виды и формы органических удобрений.

1.1.1. Порядок и условия отбора и консервации проб должны обеспечивать их соответствие по химическому составу и физико-химическим показателям объекту анализа.

1.1.2. Объем проб должен быть достаточным для проведения анализов и испытаний всех показателей в соответствии с требованиями нормативно-технической документации на конкретные методы анализа.

Для донных отложений водоемов и водотоков (сапропелей) общие требования к отбору, консервации и хранению проб — по ГОСТ 17.1.5.01.

1.2. Пробу органического удобрения, поступившую в лабораторию для анализа, регистрируют в лабораторном журнале с указанием:

номера пробы;

даты отбора пробы;

даты поступления пробы;

вида удобрения;

Издание официальное

2 -500

наименования поставщика (изготовителя) удобрения;
обозначения нормативно-технической документации на продукт;
массы пробы;
способа хранения удобрения;
массы партии удобрения, от которого отобрана проба;
места отбора пробы.

1.3. При хранении и подготовке проб к анализу должны быть приняты меры, препятствующие изменению состава проб. Способы и условия хранения, подготовки проб к анализу подбирают в зависимости от целей и методов анализов (определение агрохимических, экологических, санитарно-гигиенических показателей, радиационной загрязненности и др.).

1.4. Пробы для химического анализа следует упаковывать и хранить в плотно закрытых емкостях из химически нейтрального материала.

1.5. Емкости для хранения проб перед заполнением должны быть тщательно подготовлены (вымыты, высушены и т. д.). Сосуды для проб, отобранных для микробиологических исследований, предварительно стерилизуют.

Подготовку пробы продукта для санитарно-гигиенического анализа проводят со строгим соблюдением условий асептики: пробу рассыпают на стерильную поверхность, все операции проводят стерильными инструментами, растирают в стерильной ступке, просеивают через стерильное сито.

1.6. При определении в пробах органических удобрений нефтепродуктов, хлорорганических пестицидов, тяжелых металлов, синтетических поверхностно-активных веществ и других загрязняющих веществ емкости готовят в соответствии с особенностями методов количественного определения каждого загрязняющего вещества.

1.7. При необходимости хранения проб до одного месяца применяют различные консервирующие вещества в зависимости от перечня определяемых показателей. В пробы, предназначенные для определения агрохимических показателей, добавляют 3 $см^3$ толуола, тщательно перемешивают и хранят в охлажденном (0°—4 °С) или в замороженном состоянии.

1.8. Пробу твердого органического удобрения массой не менее 1 кг измельчают, тщательно перемешивают и распределяют на ровной поверхности слоем толщиной не более 1 см. Из пяти произвольных точек пробы совком или шпателем отбирают 0,5 кг органического удобрения, которое используют для анализа.

1.9. Пробу жидкого органического удобрения, объемом не менее 1 $дм^3$, перемешивают с помощью лабораторной мешалки и от-

бирают из трех слоев (верхнего, нижнего и среднего) порциями по 150—200 см³ каждая, 450—600 см³ удобрения используют для анализа.

1.10. Сухой остаток пробы органического удобрения после определения массовой доли влаги измельчают на лабораторной мельнице или в фарфоровой ступке, просеивают через сито с размером отверстий 1 мм до полного прохождения и помещают в полиэтиленовые пакеты, металлические или стеклянные бюксы. Подготовленный таким образом остаток пробы продукта используют для последующего определения химического состава и содержания загрязняющих веществ в удобрениях.

1.11. Пробы органических удобрений, предназначенные для определения летучих и химически нестойких веществ, анализируют сразу после поступления в лабораторию.

1.12. Допускается хранить сухой остаток пробы органического удобрения для повторного анализа не более 1 года.

1.13. Содержание семян сорных растений и показатели ветеринарно-гигиенического состояния по ГОСТ 26074 проводят в пробе продукта с исходной влажностью.

1.14. Пробы органических удобрений, предназначенные для определения содержания кишечной палочки (коли-титр, коли-индекс), сальмонелл и яиц, личинок гельминтов хранят в холодильнике не более 3 сут.

1.15. Способ минерализации навески пробы анализируемого удобрения подбирают в зависимости от целей и методов анализа:

для определения общих форм азота, фосфора и калия проводят мокрую минерализацию по ГОСТ 26715;

определение содержания меди, свинца, кадмия, цинка, железа, мышьяка проводят в зольном остатке после сухой минерализации по ГОСТ 26929;

перед определением содержания общей серы проводят спекание навески продукта со смесью Эшка (смесь окиси магния и безводного углекислого натрия).

2. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ К РЕАКТИВАМ, РАСТВОРАМ, АППАРАТУРЕ

2.1. При проведении химических анализов следует использовать реактивы, имеющие квалификацию «химически чистый» (*х. ч.*) или «чистый для анализа» (ч. д. а.).

2.2. Для приготовления водных растворов и при проведении анализов применяют дистиллированную воду по ГОСТ 6709.

2.3. Растворы и реактивы, применяемые при анализе, должны быть прозрачные и без осадка.

2.4. Для приготовления растворов сравнения используют один раствор, отмеряя разные его объемы с помощью одной меры вместимости.

Растворы реактивов добавляют в растворы сравнения, контрольные и анализируемые растворы в последовательности, указанной в соответствующем стандарте на метод анализа, тщательно перемешивая раствор после прибавления каждого реактива.

2.5. Точную концентрацию титрованных растворов устанавливают по ГОСТ 25794.1.

Объем бюретки не должен превышать объем раствора, используемого для титрования более чем в пять раз.

2.6. Образующиеся в химической реакции продукты должны быть устойчивыми в течение времени, необходимого для определения.

2.7. Буферные растворы следует готовить из стандарт-титров по ГОСТ 8.135 или в соответствии с требованиями ГОСТ 4919.2 и соответствующего стандарта на метод анализа.

2.8. Растворы индикаторов следует готовить в соответствии с требованиями ГОСТ 4919.1.

2.9. Вспомогательные растворы, применяемые в анализе, следует готовить в соответствии с требованиями соответствующего стандарта на метод анализа.

2.10. Для проведения анализа, хранения реактивов и растворов следует применять тару и посуду из стекла, фарфора, кварца, полиэтилена и т. д. в соответствии с требованиями стандарта на метод анализа.

2.11. Мерная посуда и приборы, используемые при проведении химических анализов, должны соответствовать первому и второму классам точности по ГОСТ 1770 и нормативному документу. Допускается использование импортных стеклянных мер вместимости, имеющих такие же метрологические характеристики.

2.12. Для измерения контролируемых показателей следует использовать средства измерений, обеспечивающие требуемую воспроизводимость метода, прошедшие государственные испытания в соответствии с требованиями ГОСТ 8.001, ведомственную метрологическую аттестацию или поверку по ГОСТ 8.326, ГОСТ 8.513.

2.13. Числовые значения электродвижущей силы ЭДС и pH следует измерять на лабораторных pH-метрах, иономерах, высокоомных потенциометрах, основные допустимые погрешности которых не должны выходить за пределы ±5 мВ.

2.14. Светопоглощение и светопропускание растворами следует измерять на фотоэлектроколориметрах, допускаемые основные погрешности которых не должны выходить за пределы ±1% (абсолютные единицы доли светопропускания).

2.15. Интенсивность излучения пламени следует измерять на пламенных фотометрах, допускаемая основная погрешность которых не должна выходить за пределы ±0,5 мкА.

2.16. При определении методом атомной абсорбции длину волны, состав газа пламени, восстановительное и окислительное действие пламени и другие условия измерения выбирают так, чтобы достигнуть оптимальных значений чувствительности и точности для соответствующего элемента и применяемого прибора.

3. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ К ОБРАБОТКЕ ДАННЫХ ИСПЫТАНИЙ

3.1. При поступлении в лабораторию отдельных проб органических удобрений (от 1 до 4) в каждой пробе проводят параллельные определения. Одновременно проводят контрольный опыт через все стадии анализа в тех же условиях и с тем же количеством реактивов, но без анализируемого удобрения.

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов параллельных определений с введением поправки на значение результата контрольного опыта. Число параллельных определений устанавливается в стандартах на методы анализа.

3.2. При поступлении партии проб однотипных удобрений (5 и более проб) в каждой пробе проводят одно определение.

За результат анализа принимают результат единичного определения с введением поправки на значение контрольного опыта.

Для контроля результатов анализов отбирают каждую десятую пробу (но не менее 1) и в каждой пробе проводят два параллельных определения.

3.3. При анализе проб органических удобрений на определение содержания нежелательных примесей в каждой пробе проводят параллельные определения. Число параллельных определений устанавливают в стандартах на методы анализа.

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов параллельных определений с введением поправки на значение результата контрольного опыта.

3.4. Допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых расхождений d_n для соответствующих концентраций, приведенных в стандартах на методы анализов при доверительной вероятности $P=0,95$.

Допускаемые расхождения для промежуточных значений концентраций определяют интерполяцией.

3.5. Если расхождения результатов параллельных определений превышают значения d_n, приведенные в стандарте на методы анализа и методике, аттестованных по ГОСТ 8.010, то анализ необходимо повторить.

Если при повторении анализа расхождения результатов параллельных определений превышают значения d_n, то дальнейшее выполнение анализа по данному методу должно быть прекращено до выявления и устранения причин, вызвавших расхождения.

3.6. Значение результата анализа должно содержать последнюю значащую цифру в том же разряде, в котором находится последняя значащая цифра значения нормы.

4. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ К ПРОВЕРКЕ ПРАВИЛЬНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗОВ

4.1. Правильность результата анализа контролируют с помощью стандартных образцов, близких по составу к анализируемым удобрениям, в соответствии с требованиями ГОСТ 8.315.

При отсутствии стандартных образцов правильность результата анализа контролируют методом добавок по ГОСТ 26449.0 или методом варьирования навесок (см. приложение).

Количественные критерии оценки правильности результатов анализов должны соответствовать установленным в стандартах на конкретные методы определения содержания веществ в органических удобрениях.

4.2. При контроле за содержанием в органических удобрениях загрязняющих веществ необходимо:

обеспечить определение количества загрязняющих веществ на порядок ниже предельно допускаемого количества (ПДК);

обеспечить селективность относительно анализируемого компонента, при этом должно быть отмечено наличие или отсутствие мешающих сопутствующих веществ (элементов);

чтобы стандартные образцы веществ и материалов, применяемые для измерения показателя загрязненности, соответствовали требованиям ГОСТ 8.315;

чтобы методики измерения показателя загрязненности, предельно допускаемое значение которого регламентировано стандартом, соответствовали требованиям ГОСТ 8.010;

учитывать класс опасности загрязняющих веществ в соответствии с требованиями ГОСТ 17.4.1.02;

обеспечить метрологический контроль загрязненности органических удобрений по ГОСТ 17.0.0.02.

4.3. Результаты анализов органических удобрений в сухом состоянии пересчитывают на исходную влажность, умножая на коэффициент K, который вычисляют по формуле

$$K = \frac{100 - W}{100},$$

где W — массовая доля влаги, %.

Результаты анализов органических удобрений с исходной влажностью пересчитывают на сухое состояние, умножая на коэффициент K_1, который вычисляют по формуле

$$K_1 = \frac{100}{100 - W},$$

где W — массовая доля влаги, %.

Массовую долю органического вещества (X) в пересчете на углерод вычисляют по формуле

$$X = (100 - m) \cdot 0{,}5,$$

где m — массовая доля золы, %;

0,5 — коэффициент для перевода на углерод.

5. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1. При использовании реактивов и получении вредных и опасных для здоровья человека продуктов реакции необходимо соблюдать основные правила безопасности работы в химической лаборатории.

5.2. Мероприятия по обеспечению безопасности выполнения анализов на определение загрязняющих веществ должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.007.

5.3. Размещение, хранение реактивов и растворов для определения химических анализов органических удобрений должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.004, ГОСТ 12.1.010, ГОСТ 12.1.044 и ГОСТ 12.4.026.

5.4. Для предотвращения загрязнения почв и атмосферы населенных мест утилизацию, обезвреживание и уничтожение отходов от выполнения анализов органических удобрений проводят в соответствии с документацией, утвержденной в установленном порядке и согласованной с органами санитарно-эпидемиологического надзора Российской Федерации.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Справочное

МЕТОД ДОБАВОК

Добавку следует вводить в виде аликвотной части стандартного раствора данного компонента к навеске анализируемого материала до проведения анализа. Значения добавки (объем стандартного раствора) необходимо выбирать таким образом, чтобы аналитический сигнал определяемого компонента увеличивался в 1,5—2 раза по сравнению с аналитическим сигналом этого компонента при отсутствии добавки. При этом должны сохраняться оптимальные условия проведения анализа, предусмотренные конкретным стандартом на метод анализа.

Содержание исследуемого компонента после введения добавки следует устанавливать по параллельным определениям, число которых указано в стандарте на метод анализа.

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение параллельных определений.

Значение добавки рассчитывают как разность между содержанием компонента в пробе с добавкой и содержанием компонента в пробе без добавки.

Расхождения между наибольшими и наименьшими результатами параллельных определений для пробы с добавкой не должны превышать значений допускаемого расхождения $d_{пд}$, приведенных в конкретном стандарте на методы анализа.

Результаты анализа следует считать правильными, если найденное значение добавки отличается от приведенного содержания не более чем на значение, удовлетворяющее выражению

$$0{,}5\sqrt{d^2_{п} + d^2_{пд}},$$

где $d_{п}$ и $d_{пд}$ — допускаемые расхождения результатов параллельных определений компонента соответственно в пробе без добавки и в пробе с добавкой, приведенные в конкретном стандарте на метод анализа.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 8.001—80	2.12
ГОСТ 8.010—90	3.5, 4.2
ГОСТ 8.135—74	2.7
ГОСТ 8.315—91	4.1, 4.2
ГОСТ 8.326—89	2.12
ГОСТ 8.513—84	2.12
ГОСТ 12.1.004—91	5.3
ГОСТ 12.1.007—76	5.2
ГОСТ 12.1.010—76	5.3
ГОСТ 12.1.044—89	5.3
ГОСТ 12.4.026—76	5.3
ГОСТ 17.0.0.02—79	4.2
ГОСТ 17.1.5.01—80	1.1.2
ГОСТ 17.4.1.02—83	4.2
ГОСТ 1770—74	2.11
ГОСТ 4919.1—77	2.8
ГОСТ 4919.2—77	2.7
ГОСТ 6709—72	2.2
ГОСТ 25794.1—83	2.5
ГОСТ 26071—84	1.13
ГОСТ 26449.0—85	4.1
ГОСТ 26715—85	1.15
ГОСТ 26929—86	1.15

Редактор Т. П. Шашина
Технический редактор О. Н. Никитина
Корректор А. С. Черноусова

Сдано в наб. 31.03.95 Подп. в печ. 05.05.95. Усл. п. л. 0,70. Усл. кр.-отт. 0,70. Уч.-изд. л. 0,70. Тир. 380 экз. С 2366.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов. 107076, Москва, Колодезный пер., 14
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 500

gost.e-ecolog.ru