ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

УДОБРЕНИЯ ТВЕРДЫЕ

Подготовка образцов для химического и физического анализа

СТ РК ИСО 8358-2010

(ISO 8358:1991, IDT)

Издание официальное

**Комитет технического регулирования и метрологии
Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан
(Госстандарт)**

Астана

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» Комитета технического регулирования и метрологии.

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан от 6 августа 2010 года № 348-од

3 Настоящий стандарт идентичный международному стандарту ISO 8358:1991 «Твердые удобрения – Подготовка образцов для химического и физического анализа».

Сведения справочного характера, внесенные для пояснения применения ссылочных стандартов, выделены курсивом.

Международный стандарт ISO 8358:1991 разработан техническим комитетом ISO/TC 134 «Удобрения и почвоулучшающие вещества».

Перевод с английского языка (en).

Перевод произведен бюро переводов Предприятия «Минское отделение Белорусской торгово-промышленной палаты».

Официальный экземпляр международного стандарта ISO 8358-1991 имеется в РГП «КазИнСт» Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан.

Степень соответствия – идентичная, IDT.

4 В настоящем стандарте реализованы положения Экологического Кодекса Республики Казахстан (в части ст.239), Закона Республики Казахстан «О техническом регулировании» от 9 ноября 2004 года № 603-II и постановления Правительства Республики Казахстан от 28 мая 2010 года № 491 Об утверждении технического регламента «Требования к безопасности удобрений».

5 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2015 год
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ 5 лет

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе «Нормативные документы по стандартизации Республики Казахстан», а текст изменений - в ежемесячных информационных указателях «Государственные стандарты». В случае пересмотра (отмены) или замены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Государственные стандарты».

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан.

Содержание

	Введение	IV
1	Область применения	1
2	Нормативные ссылки	1
3	Термины и определения	1
4	Общие положения	2
5	Используемые приборы и аппараты	2
6	Методы подготовки	2
7	Маркировка	6
8	Отчет о подготовке тестируемого образца	6

ВВЕДЕНИЕ

Настоящий стандарт охватывает операции, необходимые для перехода от лабораторного образца к отбору тестируемой порции для определенного анализа или испытания. Обычно на одном лабораторном образце будет выполняться несколько химических или физических испытаний, и настоящий стандарт описывает подготовку тестируемых образцов, из которых отбираются порции для тестирования для проведения отдельных испытаний. Схематическая диаграмма, показывающая процесс отбора образца, показана на Рисунке А.1.

Приготовление одного или более лабораторных образцов из цельного образца описывается в стандарте ISO 7742. Существуют и другие стандарты, опубликованные или находящиеся в стадии подготовки, описывающие методики отбора образцов, которые должны применяться при получении цельного образца из общей массы.

Существенно то, что все операции, описанные в стандарте, выполняются тщательно и точно, так что сохраняется репрезентативность исходного образца на протяжении всех действий.

При подготовке тестируемых образцов и проб для тестирования должны соблюдаться общие требования безопасности при работе в химической аналитической лаборатории.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

УДОБРЕНИЯ ТВЕРДЫЕ

Подготовка образцов для химического и физического анализа

Дата введения 2011-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на твердые удобрения и устанавливает методы подготовки тестируемых образцов и проб для тестирования[1)] для последующего химического или физического анализа (испытания).

Стандарт не устанавливает методы подготовки образцов для определенных физических испытаний, которые требуют пробы для тестирования массой более 2 кг.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные стандарты. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения):

ISO 3310-1:2002 Сита для тестирования – Технические требования и тестирование – Часть 1: Сита для тестирования из металлической проволочной сетки.

ISO 5306: 1983 Удобрения – Представление отчетов об отборе образцов

ISO 7410: 1983 Удобрения и твердые кондиционеры – Окончательные образцы – Практические рекомендации.

ISO/TR 7553: 1987 Удобрения – Отбор образцов – Минимальная доля вещества, которую необходимо отобрать, чтобы она была репрезентативной, от общей массы анализируемого вещества.

ISO 7742: 1988 Твердые удобрения – Уменьшение величины образцов.

ISO 8157: 1984 Удобрения и кондиционеры – Словарь.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Переводы указанных международных стандартов можно приобрести в РГП «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» Комитета технического регулирования и метрологии МИНТ РК.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 С международным стандартом ISO 3310-1 гармонизирован ГОСТ Р 51568-99 «Сита лабораторные из металлической проволочной сетки. Технические условия». С ISO 8157 гармонизирован СТ РК 1970-2010 «Удобрения и почвоулучшающие вещества. Словарь».

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяются термины по ISO 8157, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 Деление: процесс получения ряда репрезентативных меньших проб, примерно равных по массе друг другу, из большей массы с небольшим остатком или без него.

3.2 Сокращение: процесс получения репрезентативной меньшей массы удобрения из большей массы при отбрасывании оставшейся массы.

Издание официальное

[1)] Доля (порция) взятая от образца путем сокращения или деления для проведения тестирования.

4 Общие положения

Сокращение или деление лабораторного образца (если это необходимо) для получения тестируемых образцов. Приготовление проб из тестируемых образцов путем деления с предварительным помолом или без предварительного помола, или же путем комбинации, если это целесообразно.

5 Используемые приборы и аппараты

5.1 Роторный делитель образца или делитель на две равные части, удовлетворяющий требованиям ISO 7742.

5.2. Мельница для образцов

Любая установка, используемая для помола образцов, как это требуется настоящим стандартом, должна быть проверена на надлежащую работоспособность.

К числу особых характеристик, которые должны быть проверены, относятся:

а) достигнутая тонкость помола;

б) повышение температуры размалываемого материала.

Мельница должна вмещать весь тестируемый образец для одного процесса помола и предпочтительно быть полностью герметичной. Она должна иметь грохот или другой механизм без грохота, который позволял бы размолотому материалу проходить за пределы области ножей или размалывающих дисков через мельницу в собирающий сосуд, и мог предотвратить чрезмерное размалывание. В случае мельниц с грохотами тонкость помола должна регулироваться настройкой различных по размеру отверстий грохотов. Размол должен продолжаться до тех пор, пока как можно больше удобрения (тестируемого образца) не достигнет заданной тонкости помола.

ПРИМЕЧАНИЕ Если мельница открытого типа, то влажность удобрения может существенно измениться в процессе помола.

5.3 Ступка и пестик *фарфоровые* или из другого подходящего материала и подходящих размеров.

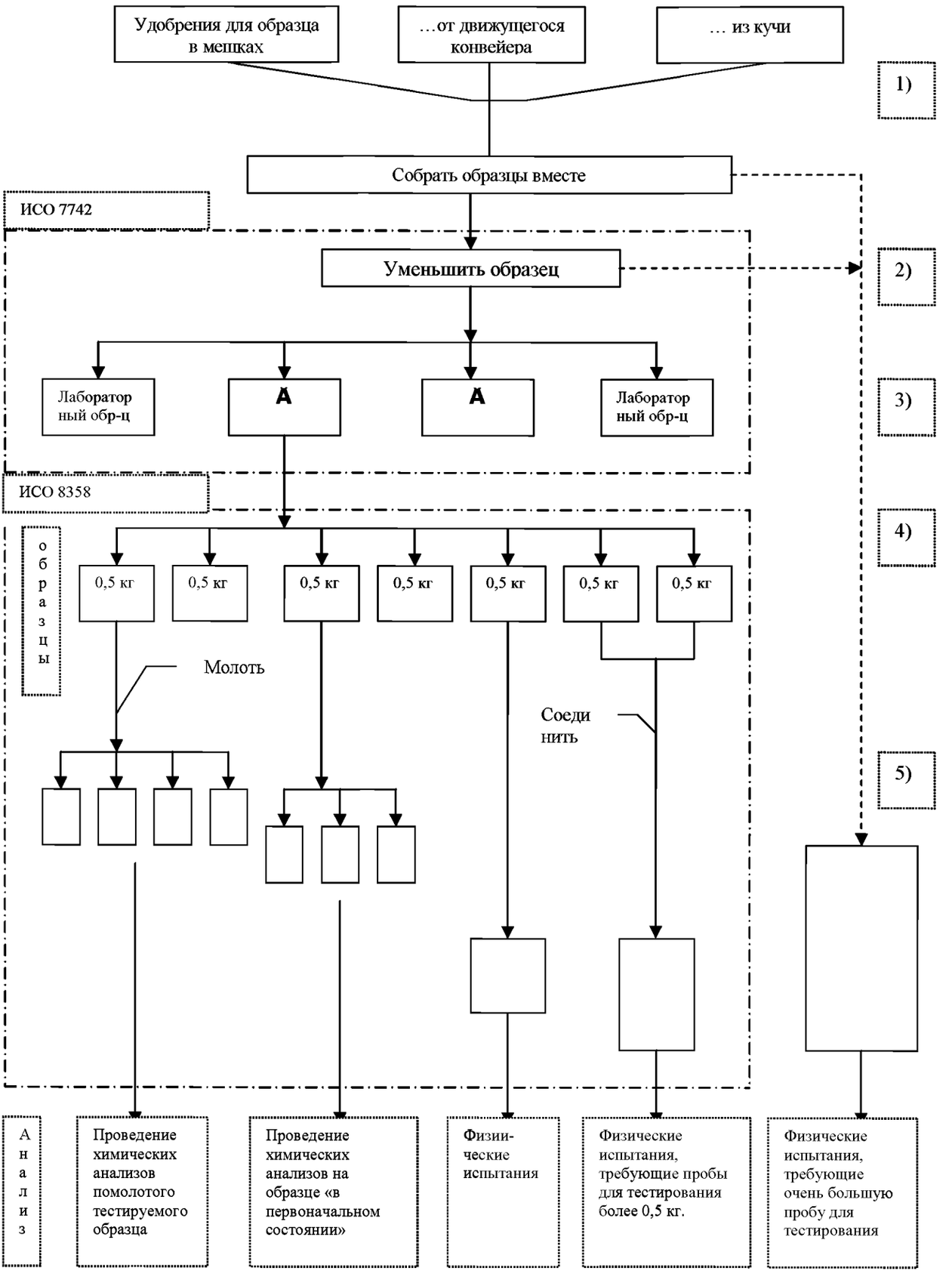
5.4 Сита лабораторные из металлической проволочной сетки, удовлетворяющие требованиям ISO 3310-1, с номинальными размерами отверстий 1,0 мм, 0,5 мм и 0,18 мм.

ПРИМЕЧАНИЕ Могут использоваться сита с разными размерами отверстий (в силу природы тестируемого материала), но это должно быть отражено в отчете о приготовлении образца.

5.5 Емкости для образцов изготовленные из пластика и(или) стекла или другого какого-либо влагонепроницаемого материала и с плотно закрывающейся крышкой (см. ISO 7410).

6 Методы подготовки

Схема, показывающая методику подготовки тестируемого образца приведена на Рисунке 1.



1) отбор частей образца (лабораторный образец); 2) сократить объем образца (если необходимо); 3) делить (если необходимо); 4) подготовить тестируемые образцы(если необходимо); 5) подготовить пробы для тестирования.

Рисунок 1 - Схема подготовки тестируемого образца

Предупреждение: Все операции, связанные с данной методикой, должны выполняться как можно быстрее, чтобы свести к минимуму адсорбцию или поглощение воды.

6.1 Общая подготовка тестируемых образцов

Смешайте весь лабораторный образец и выполните процедуру для сокращения (если это необходимо) и деления общей массы (см. ISO 7742), чтобы получить соответствующее количество репрезентативных тестируемых образцов, каждый массой примерно 0,5 кг.

Удалите случайной выборкой любые тестируемые образцы сверх необходимого количества и поместите оставшиеся N тестируемых образцов в подходящие емкости (см. 5.5).

ПРИМЕЧАНИЕ Максимальное количество тестируемых образцов, которые можно приготовить данным методом, будет зависеть от массы исходного лабораторного образца. Минимальное количество тестируемых образцов массой 0,5 кг, которые необходимы, будет зависеть от природы анализов, которые необходимо провести, и от требующегося количества повторных анализов. В некоторых случаях, когда требуется провести только химические анализы, будет необходим только небольшой по массе лабораторный образец, и весь этот образец будет использован в качестве тестируемого образца.

6.2 Дальнейшая подготовка тестируемых образцов и проб, остающихся в их первоначальном состоянии

Образцы этой категории включают все тестируемые образцы для испытаний физическими методами, тестируемые образцы для некоторых видов химического анализа и те, которые по своему виду не должны подвергаться помолу.

6.2.1 Подготовка проб для физических испытаний

Если требуемая масса пробы для тестирования составляет более 0,5 кг, то произвольно отберите от нее два или более N тестируемых образцов (см. 6.1). Смешайте эти тестируемые образцы вместе, и если требуемая масса пробы не должна быть точно кратной 0,5 кг, то сократите ее до требуемой величины, выполнив действия по ISO 7742.

Если масса требуемой пробы для тестирования составляет менее 0,5 кг, то выберите произвольно один из N тестируемых образцов (см. 6.1) и выполните действия по сокращению и делению по ISO 7742, чтобы получить пробы для тестирования необходимой массы. Во время процесса деления будут получены дубликаты проб для тестирования, которые пригодны для дублирующих тестов без дальнейшей обработки. Оставшийся ненужный материал удалите.

ПРИМЕЧАНИЕ Репрезентативность образца может быть утеряна во время этих делений, поэтому рекомендуется соблюдать ISO/TR 7553.

6.2.2 Подготовка пробы для тестирования на содержание массовой доли влаги

Пробы для тестирования на содержание массовой доли влаги не должны подвергаться помолу, поскольку измельчение, скорее всего, изменит содержание влаги в удобрении. При необходимости размер наибольших частиц можно уменьшить раздавливанием.

Выберите произвольно один из N тестируемых образцов (см. 6.1) и выполните действия по сокращению массы и делению (см. ISO 7742) для получения пробы для тестирования требуемой массы.

6.2.3 Подготовка пробы для тестирования для химических анализов

Некоторые химические анализы должны проводиться на пробах для тестирования, взятых из тестируемых образцов, которые не подвергались помолу. В описании соответствующего метода анализа должно быть сделано соответствующее указание. Некоторые удобрения разлагаются во время помола, поэтому они не должны подвергаться

помолу до начала химического анализа. Эти положения могут быть применимы к следующим удобрениям: нитрат кальция, нитрат кальция-магния, нитрат натрия, цианамид кальция, сульфат аммония, нитрат аммония с содержанием более 30 % азота, мочевина, основной шлак, частично растворенный природный фосфат, дикальций фосфат, спеченный оксид алюминия, фосфат кальция, размягченный природный фосфат и медленно усваиваемые удобрения.

Выберите произвольно один из N тестируемых образцов (см. 6.1) и выполните действия по сокращению массы и делению (см. ISO 7742) для получения пробы для тестирования требуемой массы.

6.3 Последующая подготовка тестируемых образцов для химического анализа

Тестируемый образец должен оставаться в своем первоначальном состоянии, для случаев предусмотренных в 6.2.2 и 6.2.3.

Предостережение: Следует принимать меры предосторожности во время последующего помола, чтобы температура удобрения не поднялась выше 45 °С, с целью исключения потери аммиака и т.д.

6.3.1 Общие указания

Выберите произвольно один из N тестируемых образцов (см. 6.1) и выполните процедуру, описанную в 6.3.2, или, если отсутствует подходящая мельница для измельчения образца, процедуру - 6.3.3, или, если необходима специальная обработка, процедуры соответствующие 6.3.4, 6.3.5 или 6.3.6.

6.3.2 Использование мельницы для помола образца

Проводите помол тестируемого образца в мельнице (см. 5.2) до тех пор, пока через мельницу не пройдет весь объем тестируемого образца, или же в течение определенного времени, в зависимости от типа мельницы. Чтобы проверить достаточность степени измельчения тщательно перемешайте тестируемый образец и просейте небольшую репрезентативную пробу измельченного образца через лабораторное сито с размером отверстий 0,5 мм (см. 5.4) и отложите ее. Если полностью вся эта проба не проходит через сито, то верните образец в мельницу и повторите измельчение до тех пор, пока не будет достигнута удовлетворительная степень измельчения.

ПРИМЕЧАНИЕ В случае смесей, содержащих один или более очень твердых компонентов, может оказаться затруднительным размолоть и гомогенизировать все компоненты. Приведенная в данном подразделе процедура не должна использоваться в тех случаях, когда необходимо исключить чрезмерный помол некоторых более мягких компонентов. В этих случаях необходимо будет приготовить две или более части одного и того же образца.

6.3.3 Использование ступки с пестиком

Просейте весь тестируемый образец через лабораторное сито с размером отверстий 0,5 мм (см. 5.4). Измельчите оставшийся в сите материал с помощью ступки с пестиком (см. 5.3) до полного прохождения материала через сито без остатка.

Измельчение до требуемой тонкости следует особенно учитывать в случаях, когда это оказывает влияние на растворимость в различных реагентах. Тщательно перемешайте весь образец до однородного состояния.

ПРИМЕЧАНИЕ *В* этом случае содержание влаги в удобрении может существенно измениться в процессе измельчения.

6.3.4 Удобрения, которые трудно размолоть механически

Удобрения с повышенным содержанием влаги или такие как суперфосфат, могут стать пастообразными при механическом измельчении. В этих случаях измельчите тестируемый образец в ступке (см. 5.3) до полного его прохождения при просеивании через лабораторное сито с размером отверстий 1,0 мм (см. 5.4).

6.3.5 Органическое вещество

Для некоторых органических удобрений невозможно использовать описанные выше способы. Примерами таких удобрений являются: свежее гуано, кожа, шерсть и отходы жизнедеятельности животных. В таких случаях следует использовать более подходящие практические способы для сокращения размера материала и для получения репрезентативного тестируемого образца, а использованный метод должен быть описан в отчете о подготовке тестируемого образца.

ПРИМЕЧАНИЕ Многие из этих материалов можно измельчить после интенсивного охлаждения, например, в жидком азоте.

6.3.6 Удобрения, состоящие из нескольких различных материалов

Эти удобрения включают материалы с различными структурами или механическими свойствами (твердость, плотность и т.д.). Такие удобрения, вероятно, трудно перемолоть полностью, например, смеси органических и неорганических материалов, или же они могут разложиться в процессе обработки, например, сульфат калия-магния. В этих случаях необходимы специальные методы.

Настоятельно рекомендуется использовать мельницу, способную перемолоть весь тестируемый образец за один раз до требуемой тонкости помола. Выполните процедуру, указанную в 6.3.2, с использованием лабораторного сита с размером отверстий 0,18 мм (см. 5.4).

6.3.7 Инородный материал

Если тестируемый образец содержит инородный материал, который невозможно размолоть, то удалите его и взвесьте, а также учтите этот факт в результатах анализа. Этот материал следует сохранить и по возможности указать его природу (вид) в отчете о подготовке тестируемого образца.

6.3.8 Хранение

Все подготовленные по 6.3.2, 6,3.3, 6.3.4, 6.3.5 или 6.3.6 тестируемые образцы поместите в подходящие чистые емкости (см. 5.5) и плотно закройте эти емкости до тех пор, пока они не понадобятся для проведения анализа.

6.3.9 Отбор проб для тестирования

До отбора каждой пробы для тестирования хорошо перемешайте весь тестируемый образец, например, раскатав его на листе плотной бумаги или же путем перемешивания небольших порций шпателем. Придайте материалу форму конуса с гладкой поверхностью и отберите необходимую пробу маленькими частями с помощью шпателя.

7 Маркировка

К каждой ёмкости (см. 5.5) с конечной пробой тестируемого образца прочно прикрепляют этикетку с информацией по ISO 7410.

8 Отчет о подготовке тестируемого образца

Копия отчета о подготовке тестируемого образца должна оставаться вместе с каждой конечной пробой для тестирования на все время. Во всех отчетах о взятии проб должна быть сделана ссылка на отчет подготовке тестируемого образца (см. ISO 5306).

Отчет о подготовке тестируемого образца должен включать следующие сведения:

а) ссылку на использованный метод, т.е. номер настоящего стандарта и соответствующий(е) раздел(ы);

б) всю информацию, необходимую для полной идентификации тестируемого образца;

в) все необычные явления, отмеченные во время подготовки;

г) любые действия, не указанные в настоящем стандарте, или же в нормативных документах, на которые делается ссылка, или любые другие дополнительные действия.

УДК 631.8:620.11 **МКС 65.080** **КП ВЭД 20.15**

Ключевые слова: удобрения, испытания, физические испытания, химический анализ, подготовка образца, проба

Басуға _____ ж. қол қойылды Пішімі 60х84 1/16
Қағазы офсеттік. Қаріп түрі «KZ Times New Roman»,
«Times New Roman»
Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы ____ дана. Тапсырыс ____

«Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты»
республикалық мемлекеттік кәсіпорны
010000, Астана қаласы, Орынбор көшесі, 11 үй,
«Эталон орталығы» ғимараты
Тел.: 8 (7172) 240074

gost.e-ecolog.ru