МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
EN 16197—
2016**

УДОБРЕНИЯ

Определение магния методом атомно-абсорбционной спектрометрии

(EN 16197:2013, IDT)

Издание официальное

**Москва
Стандартинформ
2016**

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены 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, 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 18 июля 2016 г. № 850-ст межгосударственный стандарт ГОСТ EN 16197—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 марта 2017 г.

5 Настоящий стандарт идентичен европейскому региональному стандарту EN 16197:2013 «Удобрения. Определение магния методом атомно-абсорбционной спектрометрии» («Fertilizers — Determination of magnesium by atomic absorption spectrometry», IDT).

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

Перевод с английского языка (en).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных 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 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 Сущность метода 2
5 Отбор проб 2
6 Реактивы 2
7 Аппаратура 2
8 Приготовление экстрактного раствора 2
9 Проведение анализа 2
10 Обработка результатов измерений 3
11 Прецизионность 3
12 Протокол испытания 4
Приложение А (справочное) Статистические результаты межлабораторных испытаний 5
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных европейских региональных стандартов ссылочным межгосударственным стандартам 7
Библиография 8

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 магния методом атомно-абсорбционной спектрометрии

Fertilizers. Determination of magnesium by atomic absorption spectrometry

Дата введения — 2017—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения магния, содержащегося в экстрактах удобрений, используя метод атомно-абсорбционной спектрометрии (AAC).

Данный метод применим ко всем экстрактам удобрений, полученным в соответствии с EN 15960 и EN 15961, для которых требуется определение содержания общего магния и/или растворимого в воде магния, за исключением следующих удобрений в соответствии с [4], приложение I D (вторичные питательные вещества), и в соответствии с приложением I A.3 (калийные удобрениям), к которым применим метод 8.8:

- тип 4 (кизерит);
- тип 5 (сульфат магния) и тип 5.1 (раствор сульфата магния);
- тип 7 (кизерит с сульфатом калия).

Примечание — Метод 8.8 описан в стандарте EN 16198 [2].

Метод применим ко всем экстрактам удобрений, содержащим в достаточном количестве соединения, которые могут помешать комплексонометрическому определению магния.

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)

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.

Издание официальное

4 Сущность метода

Магний определяют методом атомно-абсорбционной спектрометрии (ААС) после соответствующего разбавления экстракта.

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 Раствор соляной кислоты, c = 1 моль/дм^3.

6.2 Раствор соляной кислоты, c = 0,5 моль/дм^3.

6.3 Стандартный раствор магния, ρ = 1,00 мг/см^3.

6.3.1 Желательно использовать имеющийся в продаже аттестованный маточный раствор магния.

6.3.2 Растворяют 1,013 г сульфата магния $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ в растворе соляной кислоты (6.2), переносят количественно в мерную колбу (7.3), доводят до метки той же кислотой и перемешивают.

6.3.3 Взвешивают 1,658 г оксида магния MgO, предварительно прокаленного, для удаления диоксида углерода.

Помещают в стакан с 100 см^3 дистиллированной или деионизированной воды и 120 см^3 соляной кислоты (6.1). После полного растворения раствор количественно переносят в мерную колбу (7.5). Доводят объем до метки водой и перемешивают.

Концентрацию магния в растворе необходимо регулярно проверять.

6.4 Раствор хлорида стронция

Растворяют 75 г хлорида стронция $SrCl_2.6H_2O$ в растворе соляной кислоты (6.2) и доводят до объема 500 см^3 раствором кислоты.

7 Аппаратура

7.1 Атомно-абсорбционный спектрометр, оснащенный магниевыми лампами (установленными на 285,2 нм).

7.2 Воздушно-ацетиленовое пламя.

7.3 Мерная колба вместимостью 100 см^3.

7.4 Мерная колба вместимостью 200 см^3.

7.5 Мерная колба вместимостью 1000 см^3.

8 Приготовление экстрактного раствора

Экстрактные растворы должны быть приготовлены в соответствии с EN 15960 или EN 15961.

9 Проведение анализа

9.1 Приготовление анализируемого раствора

9.1.1 Если в описании удобрения содержание магния, Mg, более 6 % (или 10 % оксида магния MgO), отбирают 25 см^3 (V_1) экстрактного раствора (см. раздел 8). Переносят в мерную колбу (7.3), доводят до метки дистиллированной или деионизированной водой и перемешивают. Коэффициент разбавления $D_1 = 100/V_1$.

9.1.2 Используя пипетку, отбирают 10 см^3 экстрактного раствора (см. раздел 8) или раствора (9.1.1). Переносят в мерную колбу (7.4). Доводят до метки раствором соляной кислоты (6.2) и перемешивают. Коэффициент разбавления равен 200/10.

9.1.3 Разбавляют раствор (9.1.2) раствором соляной кислоты (6.2) таким образом, чтобы концентрация находилась в оптимальном рабочем диапазоне спектрометра (7.1). V_2 — объем образца в 100 см^3. Коэффициент разбавления $D_2 = 100/V_2$.

9.1.4 Добавляют раствор хлорида стронция (6.4), так, чтобы окончательный раствор содержал 10 % (по объему) раствора хлорида стронция.

9.2 Приготовление холостого раствора

Готовят холостой раствор, повторяя всю процедуру экстракции в соответствии с EN 15960 или EN 15961, без добавления анализируемых образцов удобрения.

9.3 Приготовление градуировочных растворов

Разбавлением стандартного раствора (6.3) с соляной кислотой (6.2) готовят не менее пяти градуировочных растворов с увеличивающейся концентрацией в оптимальном диапазоне измерений спектрометра (7.1).

Добавляют раствор хлорида стронция (6.4) так, чтобы окончательный раствор содержал 10 % (по объему) раствора хлорида стронция.

9.4 Проведение анализа

Устанавливают атомно-абсорбционный спектрометр (7.1) в соответствии с инструкциями производителей на длину волны 285,2 нм.

Впрыскивают последовательно градуировочные растворы (9.3), анализируемый раствор (9.1) и холостой раствор (9.2), промывают инструменты после каждого раствора перед следующим измерением. Повторяют процедуру три раза. Строят график градуировки, используя средние значения поглощающей способности каждого градуировочного раствора (9.3), как ординаты, и соответствующие массовые концентрации магния, как абсциссы, мкг/см^3. Определяют концентрацию магния в растворе (9.1) X_s и в холостом растворе (9.2) X_b, используя график градуировки.

10 Обработка результатов измерений

Рассчитывают количество магния Mg или оксида магния MgO в образце, используя градуировочные растворы и учитывая холостой раствор.

Рассчитывают содержание магния в удобрении w_{Mg}, %, как массовую долю в соответствии с формулой

$$W_{Mg} = \frac{(X_s - X_b) D_1 (200/10)\, D_2\, 500 \times 100}{1000 \times 1000\, M}, \quad (1)$$

где X_s — концентрация раствора, взятого для анализа, отмеченного на графике градуировки, мкг/см^3;

X_b — концентрация холостого раствора, взятого для анализа, отмеченного на графике градуировки, мкг/см^3;

D_1 — коэффициент разбавления при разбавлении раствора (9.1.1.):
- равен 4, если отбирают 25 см^3;
- равен 1, если раствор не разбавляют.

D_2 — коэффициент разбавления (9.1.3);

M — масса анализируемого образца, взятого для экстракции, г.

MgO (%) = Mg (%)/0,6

11 Прецизионность

11.1 Межлабораторные испытания

Межлабораторные испытания были проведены в 2007 и 2009 гг. при участии различного количества лабораторий и нескольких различных образцов (см. таблицы А.1—А.4). 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 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 предела повторяемости *r*, приведенные в таблицах 1 и 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 предела воспроизводимости *R*, приведенные в таблицах 1 и 2.

Таблица 1 — Результаты межлабораторных испытаний 2007 г.

В процентах

Образец	Метод экстракции	$\bar{x}$	r	R
CAN	EN 15960	4,75	0,15	0,82
	EN 15961	1,83	0,25	1,18
KALI ROH	EN 15960	6,28	0,25	0,80
	EN 15961	6,05	0,20	0,83
NPK2:12-11-18+2+8	EN 15960	3,38	0,13	0,74
	EN 15961	3,04	0,13	0,62

Таблица 2 — Результаты межлабораторных испытаний 2009 г.

В процентах

Образец	Метод экстракции	$\bar{x}$	r	R
CAN-dol	EN 15960	4,38	0,11	1,65
	EN 15961	2,83	0,30	3,23
NPK:12-12-17S+2	EN 15961	1,88	0,08	0,32
	EN 15961	1,58	0,08	0,52

12 Протокол испытания

Протокол испытания 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 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 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.4.

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

Наименование параметра	Образец		
	CAN	KALI ROH	NPK2:12-11-18+2+8
Число задействованных лабораторий	13	14	14
Число лабораторий после исключения выбросов (принятые результаты анализа)	13	12	12
Среднеарифметическое значение $\bar{x}$, %	4,75	6,28	3,38
Стандартное отклонение повторяемости S_r, %	0,05	0,09	0,05
RSD_r, %	1,1	1,4	1,4
Предел повторяемости r, %	0,15	0,25	0,13
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R, %	0,29	0,29	0,27
RSD_R, %	6,2	4,6	7,9
Предел воспроизводимости R, %	0,82	0,80	0,74

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

Наименование параметра	Образец		
	CAN	KALI ROH	NPK2:12-11-18+2+8
Число задействованных лабораторий	13	14	14
Число лабораторий после исключения выбросов (принятые результаты анализа)	12	14	14
Среднеарифметическое значение $\bar{x}$, %	1,83	6,05	3,04
Стандартное отклонение повторяемости S_r, %	0,09	0,07	0,05
RSD_r, %	5,0	1,2	1,6
Предел повторяемости r, %	0,25	0,20	0,13
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R, %	0,42	0,30	0,22
RSD_R, %	23,0	4,9	7,2
Предел воспроизводимости R, %	1,18	0,83	0,62

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	10	10
Число лабораторий после исключения выбросов (принятые результаты анализа)	8	10
Среднеарифметическое значение $\bar{x}$, %	4,38	1,88
Стандартное отклонение повторяемости S_r, %	0,04	0,03
RSD_r, %	0,9	1,5
Предел повторяемости r, %	0,11	0,08
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R, %	0,59	0,12
RSD_R, %	13,5	6,2
Предел воспроизводимости R, %	1,65	0,32

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	9	9
Число лабораторий после исключения выбросов (принятые результаты анализа)	8	9
Среднеарифметическое значение $\bar{x}$, %	2,38	1,58
Стандартное отклонение повторяемости S_r, %	0,11	0,03
RSD_r, %	4,0	1,8
Предел повторяемости r, %	0,30	0,08
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R, %	1,15	0,18
RSD_R, %	48,0	11,6
Предел воспроизводимости R, %	3,23	0,52

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»

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык европейского регионального стандарта. Официальный 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

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] EN 16198 Fertilizers — Determination of magnesium by complexometry (Удобрения. Определение магния комплексонометрическим методом)

[3] 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]

[4] 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 8.7, method 8.8 (Правила (ЕС) № 2003/2003 Европейского Парламента и совета от 13 октября 2003 г., относящиеся к удобрениям, официальный журнал L 304, 21/11/2003, с. 1—194, приложение I и приложение IV, метод 8.7, метод 8.8)

УДК 631.82:006.354 МКС 65.080 IDT

Ключевые слова: удобрения, определение магния, атомно-абсорбционная спектрометрия

Редактор *А.Э. Елин*
Технический редактор *В.Ю. Фотиева*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 21.07.2016. Подписано в печать 28.07.2016. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,10. Тираж 30 экз. Зак. 1797.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru