МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ EN 15477— 2013

УДОБРЕНИЯ

Определение содержания водорастворимого калия

(EN 15477:2009, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

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 центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 527 «Химия»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 05 ноября 2013 г. № 61-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
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен европейскому региональному стандарту EN 15477:2009 «Fertilizers – Determination of the water-soluble potassium content» (Удобрения. Определение содержания водорастворимого калия).

Европейский стандарт разработан Европейским комитетом по стандартизации CEN/TC 260 «Удобрения и известковые материалы».

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры европейского стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в ФГУП «Стандартинформ».

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным европейским региональным стандартам приведены в дополнительном приложении Д.А.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 732-ст межгосударственный стандарт ГОСТ EN 15477—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 01 января 2015 г.

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, 2014

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УДОБРЕНИЯ

Определение содержания водорастворимого калия

Fertilizers. Determination of the water-soluble potassium content

Дата введения — 2015—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения водорастворимого калия, который распространяется на все калийные удобрения, перечисленные в приложении I Регламента (ЕС) № 2003/2003 [3].

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные стандарты. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного стандарта (включая все его изменения):

EN 1482-2 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 – Vocabulary – Part 1: General terms (Удобрения и известковые материалы. Словарь. Часть 1. Общие термины)

EN 12944-2:1999 Fertilizers and liming materials – Vocabulary – Part 2: Terms relating to fertilizers (Удобрения и известковые материалы. Словарь. Часть 2. Термины, относящиеся к удобрениям)

EN ISO 3696:1995 Water for analytical laboratory use – Specification and test methods (ISO 3696:1987) [Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний (ИСО 3696:1987)]

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

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

4 Сущность метода

Калий в анализируемом образце растворяют в воде. После удаления или связывания веществ, которые могут помешать количественному определению, осаждают калий в слабощелочной среде в форме тетрафенилбората калия.

Издание официальное

5 Реактивы

5.1 Основные требования

Используют только реактивы с квалификацией не ниже д.ч.а. и дистиллированную или деминерализованную воду (3-й степени чистоты в соответствии с EN ISO 3696:1995).

5.2 Формальдегид, прозрачный раствор формальдегида с массовой долей формальдегида от 25 % до 35 %.

5.3 Калия хлорид, ч.д.а.

5.4 Натрия гидроксид, раствор с концентрацией 10 моль/дм^3.

Проверяют, что применяемый гидроксид натрия не содержит калия.

5.5 Индикатора раствор

Растворяют 0,5 г фенолфталеина в 90 % этаноле и доводят объем до 100 см^3.

5.6 ЭДТА раствор

Растворяют 4 г дигидратированной динатриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты в воде в мерной колбе вместимостью 100 см^3. Доводят до метки и перемешивают.

Реактив хранят в пластиковом контейнере.

5.7 STPB раствор (тетрафенилбората натрия)

Растворяют 32,5 г тетрафенилбората натрия в 480 см^3 воды, добавляют 2 см^3 раствора гидроксида натрия (5.4) и 20 см^3 раствора хлорида магния (100 г $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ на кубический дециметр).

Перемешивают в течение 15 мин и процеживают через тонкий беззольный фильтр.

Реактив хранят в пластиковом контейнере.

5.8 Жидкость для промывания

Разбавляют водой 20 см^3 раствора тетрафенилбората натрия (5.7) до 1000 см^3.

5.9 Вода бромная, насыщенный раствор брома в воде.

6 Аппаратура

6.1 Колба мерная вместимостью 1000 см^3.

6.2 Стакан химический вместимостью 250 см^3 и 600 см^3.

6.3 Тигель фильтрующий пористостью от 5 до 20 мкм.

6.4 Шкаф сушильный, способный поддерживать температуру (120 ± 10) °С.

6.5 Эксикатор.

7 Отбор проб и подготовка проб

Отбор проб не является частью метода, установленного в настоящем стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приведен в EN 1482-1.

Подготовку проб осуществляют в соответствии с EN 1482-2. Для обеспечения однородности рекомендуется измельчение.

8 Проведение анализа

8.1 Навеска для анализа

Взвешивают с точностью до 0,001 г 10 г подготовленного образца (5 г для калийных солей с массовой долей оксида калия более 50 %). Помещают навеску в химический стакан вместимостью 600 см^3 с приблизительно 400 см^3 воды.

Доводят до кипения и кипятят в течение 30 мин. Охлаждают, переносят количественно в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки, перемешивают и отфильтровывают в сухой приемник. Отбрасывают первые 50 см^3 фильтрата (см. 8.6).

8.2 Подготовка аликвотной части для осаждения

Переносят пипеткой аликвотную часть фильтрата, содержащего от 25 до 50 мг калия (см. таблицу 1) и помещают ее в химический стакан вместимостью 250 см^3. При необходимости доводят до 50 см^3 водой.

Для устранения любых мешающих факторов добавляют 10 см^3 раствора ЭДТА (5.6), несколько капель раствора фенолфталеина (5.5) и приливают при размешивании по каплям раствор гидроксида

натрия (5.4), пока раствор не станет красным; затем добавляют еще несколько капель гидроксида натрия для обеспечения избытка (обычно достаточно 1 $см^3$ раствора гидроксида натрия, чтобы нейтрализовать образец и обеспечить избыток).

Для удаления большей части аммиака (см. 8.6) кипятят на медленном огне в течение 15 мин.

При необходимости добавляют воду, чтобы довести объем до 60 $см^3$.

Доводят раствор до кипения, снимают химический стакан с огня и добавляют 10 $см^3$ формальдегида (5.2). Добавляют несколько капель фенолфталеина и, если необходимо, еще немного гидроксида натрия до появления отчетливого красного цвета. Накрывают химический стакан часовым стеклом и помещают его на паровую баню на 15 мин.

8.3 Взвешивание тигля

Просушивают фильтрующий тигель до постоянной массы (около 15 мин) в сушильном шкафу при температуре 120 °С.

Дают тиглю остыть в эксикаторе и взвешивают.

8.4 Осаждение

Снимают химический стакан с паровой бани, приливают при перемешивании по каплям 10 $см^3$ раствора тетрафенилбората натрия (5.7). Добавление занимает около 2 мин. Ждут перед фильтрованием не менее 10 мин.

8.5 Фильтрование и промывка

Фильтруют под вакуумом через взвешенный тигель, промывают химический стакан жидкостью для промывания (5.8), три раза промывают осадок жидкостью для промывания (в общем 60 $см^3$ жидкости для промывания), и два раза промывают 5 – 10 $см^3$ воды.

Тщательно просушивают осадок.

8.6 Просушивание и взвешивание

Протирают наружную поверхность тигля фильтровальной бумагой. Помещают тигель с его содержимым в сушильный шкаф на 1,5 ч при 120 °С. Дают тиглю остыть в эксикаторе до температуры окружающей среды и немедленно взвешивают.

Если фильтрат темного цвета, переносят пипеткой аликвотную часть, содержащую не больше 100 мг K_2O, и помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. Добавляют бромную воду (5.9) и доводят до кипения, чтобы устранить остатки брома. После охлаждения доводят до метки, фильтруют и количественно определяют калий в аликвотной части фильтрата.

Если содержание аммонийного азота мало или он отсутствует, нет необходимости кипятить в течение 15 мин.

8.7 Аликвотные части, отбираемые в качестве образцов, и коэффициенты пересчета

Таблица 1 — Аликвотные части и коэффициенты пересчета

K_2O в удобрении, %	K в удобрении, %	Образец для испытания, г	Образец экстрагирующего раствора для разбавления, $см^3$	Разбавление до, $см^3$	Аликвотная часть, отбираемая в качестве образца для осаждения, $см^3$	Коэффициент пересчета F $\frac{K_2O,\%}{TPBK,г}$	Коэффициент пересчета F' $\frac{K,\%}{TPBK,г}$
5 – 10	4,2 – 8,3	10	-	-	50	26,280	21,812
10 – 20	8,3 – 16,6	10	-	-	25	52,560	43,624
20 – 50	16,6 – 41,5	10	либо – либо 50	- 250	10 50	131,400 131,400	109,060 109,060
Более 50	Более 41,5	5	либо – либо 50	- 250	10 50	262,800 262,800	218,120 218,120

8.8 Холостой опыт

Для каждой серии определений проводят холостой опыт, используя только реактивы в тех же пропорциях, что и при анализах, и делают поправку на него (холостой опыт) при расчете окончательного результата.

8.9 Контрольный анализ

Для контроля метода анализа проводят определение аликвотной части водного раствора хлорида калия, содержащего не более 40 мг K_2O.

9 Обработка результатов

9.1 Разбавление в соответствии с таблицей 1

Массовую долю K_2O w_{K2O}, %, вычисляют по формуле:

$$w_{K_2O} = (m_1 - m_2) \cdot F . \quad (1)$$

Массовую долю K w_K, %, вычисляют по формуле:

$$w_K = (m_1 - m_2) \cdot F' , \quad (2)$$

где: m_1 – масса осадка для образца, г;
m_2 – масса осадка в холостом опыте, г;
F и F' – коэффициенты пересчета (см. таблицу 1).

9.2 Разбавление, отличное от таблицы 1

Массовую долю K_2O w_{K2O}, %, вычисляют по формуле:

$$w_{K_2O} = \frac{(m_1 - m_2) \cdot F \cdot D \cdot 100}{m} . \quad (3)$$

Массовую долю K w_K, %, вычисляют по формуле:

$$w_K = \frac{(m_1 - m_2) \cdot F' \cdot D \cdot 100}{m} , \quad (4)$$

где: m_1 – масса осадка для образца, г;
m_2 – масса осадка в холостом опыте, г;
F – коэффициент пересчета КТРВ (тетрафенилбората калия) в K_2O = 0,1314;
F' – коэффициент пересчета КТРВ (тетрафенилбората калия) в K = 0,109;
D – коэффициент разбавления;
m – масса пробы для анализа (навески), г.

10 Прецизионность

10.1 Межлабораторные испытания

В 2004 году были проведены межлабораторные испытания с участием 16 лабораторий и с двумя образцами удобрений различных составов. Результаты испытаний приведены в приложении А. Повторяемость и воспроизводимость были рассчитаны в соответствии с ISO 5725-1.

Значения, полученные из данных межлабораторных испытаний, не могут быть применимы к интервалам концентраций и матрицам, отличных от приведенных в приложении А.

10.2 Повторяемость

Абсолютное расхождение между двумя результатами независимых единичных испытаний, полученными одним и тем же методом на идентичном анализируемом материале в той же

лаборатории одним и тем же лаборантом, с использованием одного и того же оборудования, в течение короткого промежутка времени, будет не более чем в 5 % случаев превышать значения *r*, приведенные в таблице 2.

10.3 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между двумя результатами независимых единичных испытаний, полученными одним и тем же методом на идентичном анализируемом материале в разных лабораториях разными исполнителями, использующими разное оборудование, будет не более чем в 5 % случаев превышать значения *R*, приведенные в таблице 2.

Т а б л и ц а 2 – Средние значения, пределы повторяемости и воспроизводимости

Образец	$\bar{x}$, %	*r*, %	*R*, %
NPK1 (14-8-24+8S)	24,66	0,26	0,71
NPK2 (16-16-8+4S)	8,18	0,12	0,32

11 Протокол испытания

Протокол испытаний должен содержать, как минимум, следующую информацию:

a) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;

b) используемый метод анализа со ссылкой на настоящий стандарт;

c) полученные результаты анализа;

d) дату отбора проб и методику отбора проб (если известна);

e) дату окончания анализа;

f) были ли выполнены требования пределов повторяемости;

g) все подробности операций, не указанные в настоящем стандарте или рассматриваемые как необязательные, вместе с подробностями о любых происшествиях при проведении испытания, которые могли повлиять на результат(ы).

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Прецизионность метода была установлена в 2004 году Рабочей группой 7 «Химический анализ» CEN/TC 260 «Удобрения и известковые материалы» в межлабораторном испытании, оцененным в соответствии с ISO 5725-1. Статистические результаты приведены в таблице А.1.

Т а б л и ц а А.1 – Статистические результаты межлабораторных испытаний

Наименование показателя	Образец	
	NPK1 (14-8-24+8S)	NPK2 (16-16-8+4S)
Количество участвующих лабораторий	16	16
Число лабораторий, после исключения выбросов (принятые результаты испытаний)	13	14
Среднее значение $\bar{x}$, %	24,66	8,18
Стандартное отклонение повторяемости s_r, %	0,09	0,04
RSD_r, %	0,4	0,5
Предел повторяемости r, %	0,26	0,12
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, %	0,25	0,11
RSD_R (%)	1,0	1,4
Предел воспроизводимости R, %	0,71	0,32

Приложение Д.А
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным европейским региональным стандартам

Таблица Д.А.1

Обозначение и наименование ссылочного европейского регионального стандарта	Обозначение и наименование международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
EN 1482-2:2007 Удобрения и известковые материалы. Отбор проб и подготовка проб. Часть 2. Подготовка проб	—	IDT	ГОСТ EN 1482-2— 2013 Удобрения и известковые материалы. Отбор проб и подготовка проб. Часть 2. Подготовка проб
EN 12944-1:1999 Удобрения и известковые материалы. Словарь. Часть 1. Общие термины	—	—	—
EN 12944-2:1999 Удобрения и известковые материалы. Словарь. Часть 2. Термины, относящиеся к удобрениям	—	—	—
EN ISO 3696:1995 Вода для лабораторного анализа — Технические требования и методы испытаний (ИСО 3696:1987)	ISO 3696:1987 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний	MOD	ГОСТ Р 52501–2005 (ИСО 3696:1987) Вода для лабораторного анализа. Технические условия (ISO 3696:1987, MOD)

Примечание – В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:

IDT – идентичные стандарты;

MOD – модифицированные стандарты.

Библиография

[1] EN 1482-1 Fertilizers and liming materials - Sampling and sample preparation - Part 1: Sampling (Удобрения и известковые материалы. Отбор проб и подготовка проб. – Часть 1- Отбор проб)

[2] ISO 5725-1 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions [Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения]

[3] Regulation (EC) No 2003/2003 of the European Parliament and of the Council of 13 October 2003 relating to fertilisers, Official Journal L 304, 21/11/2003 P. 1-194, Annex IV, method 4.1 (Регламент (ЕС) № 2003/2003 Европейского парламента и совета от 13 октября 2003 г., относящийся к удобрениям, официальный журнал L 304, 21/11/2003, с. 1–194, приложение IV, метод 4.1)

УДК 631.82.001.4:006.354 МКС 65.080 IDT

Ключевые слова: удобрения, определения содержания, ворастворимый калий, испытание

Подписано в печать 01.11.2014. Формат 60x84 1/8.

Усл. печ. л. 1,40. Тираж 37 экз. Зак. 4447.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

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

gost.e-ecolog.ru