

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

УДОБРЕНИЯ ОРГАНИЧЕСКИЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОРГАНИЧЕСКОГО ВЕЩЕСТВА

ГОСТ 27980—88

Издание официальное

БЗ 11—88/758

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 631.86 : 006.354 Группа Л15

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

УДОБРЕНИЯ ОРГАНИЧЕСКИЕ

Методы определения органического вещества

ГОСТ 27980—88

Organic fertilizers.
Organic determination methods

ОКСТУ 2109

Срок действия с 01.01.90
до 01.01.95

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на органические удобрения и устанавливает термогравиметрический, инфракрасный и оксидиметрический методы определения массовой доли органического вещества.

Предельные значения суммарной погрешности результатов анализа в пересчете на углерод при доверительной вероятности $P=0,95$ составляет, % (абс.):

для термогравиметрического метода:
1,5 — при массовой доле органического вещества до 20%,
1,2 — при массовой доле органического вещества от 20 до 40%,
0,8 — более 40%;
для инфракрасного метода:
1,5 — при массовой доле органического вещества до 20%,
1,2 — при массовой доле органического вещества от 20 до 40%,
0,8 — более 40%;
для оксидиметрического метода:
0,8 — при массовой доле органического вещества до 20%,
1,2 — при массовой доле органического вещества от 20 до 40%,
1,5 — более 40%.

Общие требования к выполнению анализов — по ГОСТ 26712—85.

Способ расчета отношения массовой доли органического вещества в пересчете на углерод к массовой доле общего азота приведен в справочном приложении.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1989

1. ТЕРМОГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Сущность метода заключается в определении потери массы пробы органического удобрения после прокаливания при температуре 800°С.

1.1. Метод отбора проб

Отбор проб — по ГОСТ 26712—85 со следующими дополнениями.

Для определения массовой доли органического вещества используют сухой остаток навески после определения массовой доли влаги. Из сухого остатка после тщательного перемешивания отбирают не менее чем из пяти точек навеску для анализа. Масса навески должна быть 3 г. Взвешивание проводят с погрешностью не более 0,001 г.

1.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Аппаратура, материалы и реактивы для проведения анализа — по ГОСТ 26714—85.

1.3. Подготовка к анализу

Подготовка к анализу — по ГОСТ 26714—85.

1.4. Проведение анализа

Проведение анализа — по ГОСТ 26714—85.

1.5. Обработка результатов

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

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

где A — массовая доля золы, %;

0,5 — коэффициент для перевода в углерод.

1.5.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, округленных до первого десятичного знака.

1.5.3. Допускаемые отклонения результатов двух параллельных определений при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля органического вещества, % на сухой продукт	Допускаемое отклонение, % (абс.)
До 20	1,0
От 20 до 40	0,8
Св. 40	0,5

2. ИНФРАКРАСНЫЙ МЕТОД

Сущность метода заключается в установлении зависимости оптических характеристик органических удобрений в ближней инфракрасной области спектра отражения от содержания органического вещества.

2.1. Метод отбора проб

Отбор проб — по ГОСТ 26712—85 со следующими дополнениями.

Для определения массовой доли органического вещества используют сухой остаток навески органического удобрения после определения в ней массовой доли влаги по ГОСТ 26713—85. Сухой остаток перемешивают и измельчают на лабораторной мельнице до полного прохождения через сито с размером отверстий 0,5 мм.

2.2. Аппаратура

Инфракрасный анализатор «Инфрапид-61» или другой аналогичный прибор, имеющий такие же метрологические характеристики.

Бюксы по ГОСТ 25336—82.

Эксикатор исполнения 1 по ГОСТ 25336—82.

Шпатель по ГОСТ 9147—80.

Мельница лабораторная типа МРП-1 или кофемолка типа ЭЛМАЗ-2.

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. *Градуировка прибора*

Для градуировки прибора готовят серию проб органических удобрений с различным содержанием в них органического вещества, значения которого должны быть равномерно распределены в градуируемом диапазоне измерений. Число проб в диапазоне измерений должно быть не менее 30. Масса каждой пробы должна в 1,5 раза превышать массу, необходимую для заполнения измерительной кюветы прибора. Пробы хранят в бюксах, помещенных в эксикатор.

2.3.2. *Подготовка проб к анализу*

Приготовление проб органических удобрений проводят размолом сухого остатка навесок органических удобрений после определения в них массовой доли влаги по ГОСТ 26713—85. Полученный материал делят на три пробы, две из них используют для определения массовой доли органического вещества по методу разд. 1 настоящего стандарта. В третьей пробе измеряют оптические характеристики спектра отражения на приборе в соответствии с инструкцией по эксплуатации на длинах волн 2160 и 1615 нм, а затем вычисляют линейное уравнение регрессии.

2.4. Проведение анализа

Перед выполнением измерений подготавливают прибор к работе в соответствии с инструкцией по эксплуатации. Затем в измерительную кювету переносят шпателем пробу анализируемого удобрения до полного ее заполнения и выравнивают поверхность без уплотнения. Кювету с пробой помещают в пробоприемник и производят отсчет показаний по шкале прибора.

Измерение для каждой пробы выполняют два раза, каждый раз заполняя кювету и выравнивая перед измерением поверхность.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух последовательных определений массовой доли органического вещества с использованием линейного уравнения регрессии.

2.5.2. Допускаемые отклонения результатов двух последовательных измерений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля органического вещества, % на сухой продукт	Допускаемое отклонение, % (абс.)
До 20	1,0
От 20 до 40	0,8
Св. 40	0,5

3. ОКСИДИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Сущность метода заключается в окислении органического вещества пробы удобрения раствором калия двухромовокислого в серной кислоте с последующим титрованием избытка калия двухромовокислого раствором соли Мора.

3.1. Метод отбора проб

3.1.1. Отбор проб — по ГОСТ 26712—85 со следующими дополнениями.

Для определения массовой доли органического вещества используют сухой остаток навески после определения массовой доли влаги.

Остаток навески удобрения после определения влаги тщательно растирают в фарфоровой ступке до полного просеивания через сито с размером отверстий 0,25 мм и после тщательного перемешивания отбирают не менее чем из пяти точек навеску для анализа. Масса навески должна быть 0,25 г. Взвешивание проводят с погрешностью не более 0,001 г.

3.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Электроплитка по ГОСТ 14919—83.

Печь муфельная, обеспечивающая устойчивую температуру нагрева до 1000°С.

Шкаф сушильный электрический типа ШС-40 или другой аналогичный шкаф, имеющий такие же метрологические характеристики.

Весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104—80.

Сито с металлической сеткой, имеющей диаметр отверстий 0,25 мм по ГОСТ 2715—75.

Бюретки вместимостью 50 и 100 $см^3$ 2-го класса точности, исполнение 1, 2 или 6, 7 по ГОСТ 20292—74.

Колбы конические вместимостью 200, 250, 500, 2000 и 3000 $см^3$, исполнение 1 или 2 по ГОСТ 25336—82.

Воронки стеклянные диаметром 3, 5 и 10 см, тип В по ГОСТ 25336—82.

Пипетки вместимостью 10, 15, 20, 50 и 100 $см^3$, 2-го класса точности, исполнение 6 или 7 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндры вместимостью 500 и 1000 $см^3$, исполнение 1 по ГОСТ 1770—74.

Колбы мерные вместимостью 250 $см^3$, исполнение 1 по ГОСТ 1770—74.

Склянки из темного стекла с притертой пробкой.

Кружка фарфоровая № 2 по ГОСТ 9147—80.

Чашка фарфоровая № 3 по ГОСТ 9147—80.

Ступка фарфоровая № 4—6 по ГОСТ 9147—80.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—76.

Пемза или песок.

Аммоний железо (II) сернокислый (соль Мора) по ГОСТ 4208—72, раствор концентрации c $(FeSO_4 \cdot (NH_4)_2SO_4) = 0{,}25$ моль/$дм^3$.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75.

Кислота серная концентрированная по ГОСТ 4204—77 и раствор концентрации c $(H_2SO_4) = 0{,}5$ моль/$дм^3$, приготовленный по ГОСТ 25794.1—83.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Калий марганцовокислый, стандарт-титр.

Фенилантраниловая кислота, раствор с массовой долей 0,2%, приготовленный по ГОСТ 4919.1—77.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80.

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166—76.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

3.3. Подготовка к анализу

3.3.1. *Приготовление хромовой смеси*

(50,0±0,1) г калия двухромовокислого помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, растворяют примерно в 500—600 $см^3$ дистиллированной воды и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Полученный раствор тщательно перемешивают, переливают в колбу из термостойкого стекла вместимостью 3000 $см^3$ и к нему осторожно приливают небольшими порциями по 100 $см^3$ с интервалом 10—15 мин 1000 $см^3$ концентрированной серной кислоты. Колбу с раствором накрывают стеклянной воронкой и оставляют до полного охлаждения.

Реактив хранят в склянке из темного стекла с притертой пробкой.

3.3.2. *Приготовление раствора соли Мора концентрации с* $(FeSO_4 \cdot (NH_4)_2SO_4) = 0{,}25$ *моль/дм*^{3}

(100,0±0,1) г соли Мора помещают в колбу вместимостью 1000 см^3 и растворяют в 600—700 см^3 раствора серной кислоты молярной концентрации *с* $(H_2SO_4) = 0{,}5$ моль/дм^3. Раствор взбалтывают до полного растворения соли, фильтруют через двойной складчатый фильтр в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

Концентрацию раствора соли Мора проверяют по раствору калия марганцовокислого в соответствии с ГОСТ 25794.1—83.

Раствор хранят в бутыли из темного стекла, изолированной от воздуха, к которой присоединяют бюретку и склянку Тищенко, заполненную щелочным раствором натрия сернокислого.

3.3.3. *Приготовление щелочного раствора натрия сернокислого*

(40,0±0,1) г натрия сернокислого или (80,0±0,1) г 7-водного натрия сернокислого помещают в плоскодонную колбу вместимостью 1500—2000 см^3 и растворяют в 700 см^3 дистиллированной воды.

(10,0±0,1) г гидроокиси калия помещают в фарфоровую кружку вместимостью 500 см^3 и растворяют в 300 см^3 дистиллированной воды.

Полученные растворы смешивают.

3.3.4. *Подготовка песка и пемзы*

Песок и пемзу измельчают в фарфоровой ступке и прокаливают в муфельной печи при красном калении в течение 1,0—1,5 ч при периодическом перемешивании (не допуская спекания).

3.3.5. *Приготовление раствора фенилантраниловой кислоты с массовой долей 0,2%*

0,2 г фенилантраниловой кислоты помещают в фарфоровую чашку, добавляют несколько кубических сантиметров раствора углекислого натрия с массовой долей 0,2% и перемешивают стеклянной палочкой до пастообразного состояния. Затем содержимое переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и объем раствора доводят до метки раствором углекислого натрия с массовой долей 0,2%.

3.4. Проведение анализа

3.4.1. *Минерализация навески сухого органического удобрения*

Навеску анализируемого удобрения помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, из бюретки или пипетки добавляют 100 см^3 хромовой смеси. Содержимое колбы тщательно перемешивают легкими круговыми движениями, обеспечивая полное смачивание навески, колбы закрывают воронками и оставляют на 12—15 ч. Затем колбы ставят на горячую электроплитку с закрытой спиралью и кипятят в течение 5 мин с момента закипания. Кипение должно проходить спокойно, без активного выделения пара. В процессе кипения окраска раствора должна изменяться

из оранжевой в буровато-коричневую, позеленение ее свидетельствует о недостатке окислителя.

По окончании кипения колбу снимают с нагревательного прибора и охлаждают до комнатной температуры.

Допускается проводить минерализацию навески органического удобрения в сушильном шкафу при температуре 150°С в течение 20 мин.

3.4.2. *Разведение минерализата*

После охлаждения минерализат, полученный по п. 3.4.1, из конической колбы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, предварительно налив в нее 25—30 см³ дистиллированной воды. При этом происходит разогревание содержимого колбы. После охлаждения объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

Полученный раствор минерализата служит исходным для определения массовой доли органического вещества.

3.4.3. *Определение массовой доли органического вещества*

В коническую колбу вместимостью 250 см³ помещают 25 см³ анализируемого раствора, полученного по п. 3.4.2, добавляют 20—25 см³ дистиллированной воды и 3—4 капли раствора фенилантраниловой кислоты и титруют раствором соли Мора до перехода окраски в зеленую. Одновременно проводят контрольный опыт через все стадии анализа в тех же условиях и с тем же количеством реактивов, но вместо навески анализируемого удобрения в колбу помещают приблизительно 0,2 г песка или пемзы, подготовленных по п. 3.3.4.

За объем раствора соли Мора, израсходованного на титрование в контрольном опыте, принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

3.5. Обработка результатов

3.5.1. Массовую долю органического вещества (X_1') в процентах вычисляют по формуле.

$$X_1' = \frac{(V_1 - V_2) \cdot c \cdot 250 \cdot 0{,}003 \cdot 100}{V_3 m},$$

где V_1 — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см³;

V_2 — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

250 — объем исходного раствора, см³;

c — концентрация раствора соли Мора, моль/дм³;

0,003 — масса углерода, соответствующая 1 см³ раствора соли Мора, израсходованного на титрование анализируемого раствора, г;

V_3 — объем анализируемого раствора, взятый для титрования, см³;

m — масса навески, г.

3.5.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, округленных до первого десятичного знака.

3.5.3. Допускаемые отклонения результатов двух параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля органического вещества, % на сухой продукт	Допускаемое отклонение, % (абс.)
До 20	0,5
От 20 до 40	0,8
Св. 40	1,0

ПРИЛОЖЕНИЕ
Справочное

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОТНОШЕНИЯ УГЛЕРОДА К АЗОТУ (С : N)

Отношение С : N в органических удобрениях вычисляют по формуле

$$C:N=\frac{C}{X_1\cdot\left(\frac{100}{100-W}\right)+X_2},$$

где C — массовая доля органического вещества в пересчете на углерод, % на сухой продукт, определенная по ГОСТ 27980—88;

X_1 — массовая доля аммонийного азота, определенная по ГОСТ 26716—85, %;

X_2 — массовая доля общего азота, определенная по ГОСТ 26715—85, %;

W — массовая доля влаги, определенная по ГОСТ 26713—85, %.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Госагропромом СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Е. Н. Ефремов, канд. хим. наук (руководитель разработки); **В. В. Носиков; Т. М. Матюхина; В. И. Сахарова; В. Г. Ефремцев; В. П. Крищенко**, канд. биол. наук

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта СССР от 22.12.88 № 4442

3. Срок первой проверки — 1993 г.

4. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 83—79	3.2
ГОСТ 1770—74	3.2
ГОСТ 2715—75	3.2
ГОСТ 4119.1—77	3.2
ГОСТ 4166—76	3.2
ГОСТ 4204—77	3.2
ГОСТ 4208—72	3.2
ГОСТ 4220—75	3.2
ГОСТ 6709—72	3.2
ГОСТ 9147—80	2.2; 3.2
ГОСТ 12026—76	3.2
ГОСТ 14919—83	3.2
ГОСТ 20292—74	3.2
ГОСТ 24104—88	3.2
ГОСТ 24363—80	2.2; 3.2
ГОСТ 25336—82	2.2; 3.2
ГОСТ 25794.1—83	3.2; 3.3.2
ГОСТ 26712—85	Вводная часть; 1.1.2.1; 3.1.1
ГОСТ 26713—85	2.1; 2.3.2; приложение
ГОСТ 26714—85	1.2; 1.3; 1.4
ГОСТ 26715—85	Приложение
ГОСТ 26716—85	Приложение
ГОСТ 27980—88	Приложение

Редактор *Н. Е. Шестакова*
Технический редактор *М. И. Максимова*
Корректор *В. С. Черная*

Сдано в наб. 18.01.89 Подп. в печ. 06.03.89 0,75 усл. п. л. 0,75 усл. кр.-отт. 0,61 уч.-изд. л. Тир. 8 000 Цена 3 к.

...четa» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
...п. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 85

gost.e-ecolog.ru