МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ EN 15923—2016

УДОБРЕНИЯ

Экстракция растворимого фосфора в щелочном растворе цитрата аммония

(EN 15923:2011, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

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 20 апреля 2016 г.№ 87–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 14 сентября 2016 г. № 1130-ст межгосударственный стандарт ГОСТ EN 15923—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2017 г.

5 Настоящий стандарт идентичен европейскому региональному стандарту EN 15923:2011 «Удобрения. Экстракция растворимого фосфора в цитрате щелочного аммония» («Fertilizers – Extraction of phosphorus soluble in alkaline ammonium citrate», IDT).

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

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных европейских региональных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

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 (www.gost.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.....

2 Нормативные ссылки .....

3 Термины и определения .....

4 Сущность метода.....

5 Отбор проб .....

6 Реактивы .....

7 Аппаратура .....

8 Проведение анализа.....

9 Применение метода к удобрениям, содержащим магний.....

Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных европейских региональных стандартов межгосударственным стандартам .....

Библиография .....

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

Экстракция растворимого фосфора в щелочном растворе цитрата аммония

Fertilizers. Extraction of phosphorus soluble in ammonium citrate alkaline solution

Дата введения — 2017 — 07 — 01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод экстракции растворимого фосфора в щелочном растворе цитрата аммония (аммония лимоннокислого 2-замещенного) по Джулию.

Метод применим ко всем простым и сложным фосфатным удобрениям, в которых фосфаты находятся в алюмо-кальциевой форме.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие документы. 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)

Издание официальное

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 15475:2009, Fertilizers – Determination of ammoniacal nitrogen (Удобрения. Определение содержания аммонийного азота)

CEN/TS 15959, Fertilizers – Determination of extracted phosphorus (Удобрения. Определение содержания экстрагированного фосфора)

3 Термины и определения

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

4 Сущность метода

Экстракцию растворимого фосфора проводят растворением в щелочном растворе цитрата аммония определенного состава (при необходимости, в присутствии оксина) при температуре приблизительно 20 °С.

5 Отбор проб

Отбор проб не является частью метода настоящего стандарта. Рекомендуемый отбор проб представлен в [1].

Подготовка проб должна быть проведена в соответствии с EN 1482-2. Для обеспечения однородности анализируемого образца рекомендуется его измельчение.

6 Реактивы

6.1 Вода дистиллированная или деминерализованная.

6.2 Щелочной раствор цитрата аммония по Джулию

6.2.1 Для приготовления 1 дм^3 раствора берут 400 г лимонной кислоты и 153 г аммиака. Содержание в растворе свободного аммиака составляет 55 г/дм^3. Готовят раствор в соответствии с 6.2.2 или 6.2.3.

6.2.2 В мерной колбе вместимостью 1 дм^3 растворяют 400 г лимонной кислоты ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) приблизительно в 600 см^3 аммиака (d_{20} = 0,925 г/см^3, т.е. 200 г NH_3 на дм^3). Добавляют лимонную кислоту последовательно в количестве 50—80 г, поддерживая температуру ниже 50 °С. Доводят объем до 1 дм^3 аммиаком.

6.2.3 В мерной колбе вместимостью 1 дм^3 растворяют 432 г 2-замещенного цитрата аммония ($C_6H_{14}N_2O_7$) в 300 см^3 воды (6.1). Добавляют 440 см^3 аммиака (d_{20} = 0,925 г/см^3). Доводят объем до 1 дм^3 водой (6.1).

6.2.4 Проверяют содержание общего аммиака, как описано далее. В мерную колбу вместимостью 250 см^3 помещают 10 см^3 раствора цитрата аммония. Доводят объем до метки водой (6.1). Определяют содержание аммонийного азота в 25 см^3 этого раствора в соответствии с EN 15475.

1 см^3 раствора H_2SO_4 с молярной концентрацией 0,25 моль/дм^3 соответствует 0,008516 г NH_3.

При этих условиях реактивы считают применимыми для анализа, если количество израсходованного объема при титровании лежит в пределах 17,7 – 18 см^3.

В противном случае добавляют 4,25 см^3 аммиака (d_{20} = 0,925 г/дм^3) на каждые 0,1 см^3 менее 18 см^3, указанных выше.

6.3 8-гидроксихинолин (оксин), порошок.

7 Аппаратура

Используют обычное лабораторное оборудование и стеклянную посуду, в

частности, оборудование в соответствии с 7.2—7.4.

7.1 Маленькая ступка, стеклянная или фарфоровая с пестиком.

7.2 Мерная колба вместимостью 500 см^3.

7.3 Мерная колба вместимостью 1000 см^3.

7.4 Ротационный встряхиватель с частотой вращения 35—40 об/мин.

8 Проведение анализа

8.1 Образец для анализа

Взвешивают с точностью до 0,0005 г 5 г приготовленного образца и помещают в маленькую ступку (7.1). Добавляют приблизительно 10 капель раствора цитрата аммония (6.2), чтобы увлажнить образец, и осторожно измельчают его пестиком.

8.2 Проведение экстракции

К анализируемому образцу добавляют 20 см^3 раствора цитрата аммония (6.2) и перемешивают в пасту, отстаивают в течение 1 мин.

Декантируют жидкость в мерную колбу вместимостью 500 см^3 (7.2), извлекая частицы, которые могли остаться от предыдущего влажного измельчения. Добавляют 20 см^3 раствора цитрата (6.2) к остатку, растирают, как описано выше, и декантируют жидкость в мерную колбу. Повторяют процедуру еще 4 раза таким образом, чтобы к концу пятого раза все продукты можно было перелить в колбу. Общее количество цитрата, используемого для этих процессов, должно быть приблизительно 100 см^3.

Промывают пестик и ступку над колбой в 40 см^3 воды (6.1).

Встряхивают колбу с пробкой в течение 3 ч на ротационном встряхивателе (7.4).

Оставляют колбу отстояться в течение 15—16 ч, снова встряхивают при тех же условиях в течение 3 ч. Температура в течение всего процесса должна

поддерживаться в пределах (20 ± 2) °С.

Доводят до метки водой (6.1). Фильтруют через сухой фильтр, отбрасывают первые порции фильтрата и собирают чистый фильтрат в сухую колбу. Продолжают фильтрование до тех пор, пока не будет получено достаточное количество фильтрата, чтобы провести определение фосфора в соответствии с CEN/TS 15959.

9 Применение метода к удобрениям, содержащим магний

Использование оксина делает возможным применение этого метода к удобрениям, содержащим магний. Его использование рекомендовано при соотношении содержания магния и фосфорного ангидрида более чем 0,03 (Mg/P_2O_5 > 0,03). В этом случае добавляют 3 г оксина к увлажненному образцу для анализа. Использование оксина в отсутствие магния невозможно, кроме того, вероятно влияющее воздействие на последующее определение. Однако при отсутствии магния можно не использовать оксин.

Приложение ДА

(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных европейских региональных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного европейского регионального и международного 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 15475	IDT	ГОСТ EN 15475—2013 «Удобрения. Определения содержания аммонийного азота»
CEN/TS 15959	—	ГОСТ EN 15959—2014 «Удобрения. Определение экстрагированного фосфора»

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного европейского регионального стандарта. 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] 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 IV, method 3.1.5.3 [Правила (ЕС) № 2003/2003 Европейского Парламента и совета от 13 октября 2003 г., относящийся к удобрениям, официальный журнал L 304, 21/11/2003 стр. 1—194, приложение IV, метод 3.1.5.3]

УДК 631.82:006.354 МКС 65.080 IDT

Ключевые слова: удобрения, экстракция, растворимый фосфор, цитрат аммония, щелочной раствор, экстракция по Джулию

Руководитель разработки
Зам. начальника отдела 11
ФГУП «ВНИИ СМТ» И.А. Косоруков

Ответственный исполнитель
Инженер отдела 11
ФГУП «ВНИИ СМТ» А.С. Кузьмина