

---

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ  
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION  
(ISC)

---

ГОСТ ЕН  
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ  
СТАНДАРТ

15921—  
2015

---

## УДОБРЕНИЯ

Экстракция растворимого фосфора  
по Петерманну при 65 °С

(EN 15921:2011, IDT)

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2015

## 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 институт стандартизации материалов и технологий» (ФГУП «ВНИИ СМТ») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 5

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

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 18 июня 2015 г. № 47)

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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 24 июля 2015 г. № 980-ст межгосударственный стандарт ГОСТ EN 15921–2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июня 2016 г.

5 Настоящий стандарт идентичен европейскому региональному стандарту EN 15921:2011 Fertilizers - Extraction of soluble phosphorus according to Petermann at 65 °C (Удобрения. Экстракция растворимого фосфора по Петерманну при 65 °C).

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

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры европейского регионального стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и европейский региональных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Федеральном фонде технических регламентов и стандартов..

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

## 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, 2015

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.....	1
5 Отбор проб .....	1
6 Реактивы.....	1
7. Оборудование .....	3
8. Проведение анализа .....	3
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам .....	4

**УДОБРЕНИЯ****Экстракция растворимого фосфора по Петерманну при 65 °C**

Fertilizers. Extraction of soluble phosphorus according to Petermann at 65 °C

Дата введения — 2016—06—01

**1 Область применения**

Настоящий стандарт устанавливает метод определения фосфора, растворимого в щелочном растворе цитрата аммония.

Настоящий стандарт распространяется только на дигидрат гидроортфосфата кальция ( $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ).

**2 Нормативные ссылки**

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные 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 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 15475:2009 Fertilizers - Determination of ammoniacal nitrogen (Удобрения. Определение аммонийного азота)

CEN/TC 15959, Fertilizers – Determination of extracted phosphorous (Удобрения. Определение экстрагированного фосфора)<sup>1</sup>

**3 Термины и определения**

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

**4 Сущность метода**

Сущность метода заключается в экстрагировании фосфора при температуре 65 °C щелочным раствором цитрата аммония (раствор Петерманна).

**5 Отбор 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.

**6 Реактивы**

6.1 Вода, дистиллированная или деминерализованная с той же чистотой что и у дистиллированной воды.

<sup>1</sup> Действует стандарт EN 15959:2011, Fertilizers – Determination of extracted phosphorous (Удобрения. Определение экстрагированного фосфора).

## 6.2 Раствор Петерманна

### 6.2.1 Состав раствора Петерманна

Кислота лимонная моногидрат ( $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ ), раствор с массовой концентрацией 173 г/дм<sup>3</sup>

Аммиак, раствор с массовой концентрацией аммонийного азота 42 г/дм<sup>3</sup>

Значение pH раствора 9,4–9,7

### 6.2.2 Приготовление раствора Петерманна на основе цитрата аммония

В колбе вместимостью 5 дм<sup>3</sup>, заполненной примерно 3500 см<sup>3</sup> воды (6.1), растворяют 931 г цитрата аммония (молекулярная масса 226,19). Соответствующее количество раствора аммиака добавляют небольшими порциями при постоянном перемешивании и охлаждают колбу с раствором на водяной бане с проточной водой. Для приготовления раствора аммиака плотностью  $d_{20} = 0,906$  г/см<sup>3</sup> и массовой долей 20,81% в раствор добавляют 502 см<sup>3</sup> аммонийного азота. Раствор охлаждают до температуры 20 °C, и доводят водой (6.1) до метки и тщательно перемешивают.

### 6.2.3 Приготовление раствора Петерманна на основе лимонной кислоты и аммиака

В колбе вместимостью 5 дм<sup>3</sup>, заполненной 2500 см<sup>3</sup> воды (6.1), растворяют 865 г моногидрата лимонной кислоты. Соответствующее количество раствора аммиака добавляют небольшими порциями с помощью воронки, погруженной в раствор лимонной кислоты, постоянно перемешивая и охлаждая раствор на водяной бане. Для приготовления раствора аммиака плотностью  $d_{20} = 0,906$  г/см<sup>3</sup> и массовой долей 20,81% к раствору добавляют 1114 см<sup>3</sup> нитрата аммония. Раствор охлаждают до температуры 20 °C, количественно переносят в колбу вместимостью 5 дм<sup>3</sup>, затем доводят водой (6.1) до метки и тщательно перемешивают.

### 6.2.4 Контроль содержания аммонийного азота в растворе

Отбирают 25 см<sup>3</sup> раствора Петерманна и переносят в колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Доводят водой (6.1) до метки и тщательно перемешивают. Содержание аммонийного азота в полученном растворе определяют по EN 15475. Если раствор приготовлен правильно, то на титрование должно быть израсходовано 15 см<sup>3</sup> серной кислоты молярной концентрацией  $c(H_2SO_4) = 0,25$  моль/дм<sup>3</sup>.

Если массовая концентрация нитрата аммония больше 42 г/дм<sup>3</sup>, то pH раствора регулируют пропусккой инертным газом или осторожным нагреванием раствора для удаления избыточного NH<sub>3</sub> до значения pH раствора равного 9,7. После чего делают второе определение.

Если массовая концентрация нитрата аммония меньше 42 г/дм<sup>3</sup>, в раствор добавляют массу  $M$  аммонийного азота, рассчитанную по формуле

$$M = (42 - n \cdot 2,8) \cdot \frac{500}{20,81}, \quad (1)$$

где  $n$  – объем серной кислоты молярной концентрации  $c(H_2SO_4) = 0,25$  моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на определение концентрации нитрата аммония, см<sup>3</sup>.

Или объем  $V$  аммонийного азота при температуре 20 °C, рассчитанный по формуле

$$V = \frac{M}{0,906}. \quad (2)$$

Если полученный по формуле (2) объем  $V$  меньше 25 см<sup>3</sup>, то порошкообразную лимонную кислоту массой равной ( $V \cdot 0,173$ ) г добавляют непосредственно в колбу вместимостью 5 дм<sup>3</sup>.

Если полученный по формуле (2) объем  $V$  больше 25 см<sup>3</sup>, целесообразно дополнительного приготовить раствор реагента объемом 1 дм<sup>3</sup> следующим образом:

Взвешивают 173 г лимонной кислоты и растворяют в 500 см<sup>3</sup> воды. В соответствии с указанными мерами предосторожности добавляют не более (225+ $V \cdot 1206$ ) см<sup>3</sup> раствора аммиака, использованного для приготовления 5 дм<sup>3</sup> реагента. После чего доводят раствор до метки водой и тщательно перемешивают.

Полученный раствор объемом 1 дм<sup>3</sup> тщательно перемешивают с 4975 см<sup>3</sup> раствора приготовленными раньше.

## 7. Оборудование

- 7.1 Стандартное лабораторное оборудование и стеклянная посуда.
- 7.2 Водяная баня, поддерживающая температуру  $(65 \pm 1) ^\circ\text{C}$ .
- 7.3 Мерная колба вместимостью  $500 \text{ см}^3$ , например, колба Штокмана.
- 7.4 Сухие гофрированные фильтры, свободные от фосфатов.

## 8. Проведение анализа

### 8.1 Масса пробы

1 г подготовленного анализируемого образца взвешивают с точностью до 0,001 г и переносят в мерную колбу (7.3).

### 8.2 Экстракция

В колбу с пробой добавляют  $200 \text{ см}^3$  щелочного раствора цитрата аммония (6.2). Колбу закрывают пробкой и тщательно перемешивают содержимое, чтобы избежать образования комков и прилипание вещества к стенкам сосуда.

Колбу ставят на водяную баню при температуре  $65 ^\circ\text{C}$  и в течение первых 30 мин перемешивают содержимое колбы каждые 5 мин. После каждого перемешивания открывают пробку для выравнивания давления. Уровень воды в бане должен быть выше уровня раствора в колбе. Колбу выдерживают в течение еще 1 ч на водяной бане при  $65 ^\circ\text{C}$  и перемешивают каждые 10 минут. Затем колбу вынимают из водяной бани и охлаждают до  $20 ^\circ\text{C}$ , после чего доводят содержимое колбы водой до  $500 \text{ см}^3$ . Содержимое колбы тщательно перемешивают и фильтруют через сухой гофрированный фильтр, свободный от фосфатов (7.4). Первую порцию фильтрата отбрасывают. Фильтрацию продолжают до тех пор, пока количества фильтрата не будет достаточно для определения содержания экстрагированного фосфора в соответствии с CEN/TS 15959.

Приложение ДА  
(справочное)

**Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам**

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование европейского стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
EN 1482-2:2007 Удобрения и известковые материалы. Отбор 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 15475:2009 Удобрения. Определение аммонийного азота	IDT	ГОСТ EN 15475 - 2013 Удобрения. Определение содержания аммонийного азота
EN 15959 Удобрения. Определение экстрагированного фосфора	IDT	ГОСТ EN 15959 - 2014 Удобрения. Определение экстрагированного фосфора
* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта.		
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, h. 1—194, Annex IV, method 3.1.5.1 (Регламент (ЕС) № 2003/2003 Европейского парламента и Совета от 13 октября 2003 по удобрениям, Official Journal L 304, 21/11/2003, стр. 0001-0194, Приложение IV, метод 3.1.5.1)

**ГОСТ EN 15921–2015**

---

УДК 661.152:006.354

МКС 65.080

IDT

Ключевые слова: удобрения, химический анализ, определения содержания, экстракция, фосфор, реагент Петерманна, проведение испытаний

---

Редактор В.М. Костылев  
Технический редактор А.Б. Заварзина  
Корректор В.Г. Смолин  
Компьютерная верстка Д.Е. Першин

Сдано в набор 24.09.2015. Подписано в печать 8.10.2015. Формат 60x841/8. Гарнитура Ариал.  
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00. Тираж 32 экз. Зак. 3383.

---

Набрано в ООО «Академиздат».  
[www.academizdat.com](http://www.academizdat.com) [lenin@academizdat.ru](mailto:lenin@academizdat.ru)

Издано и отпечатано во  
ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)