
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
EN 12049—
2013

УДОБРЕНИЯ ТВЕРДЫЕ И ИЗВЕСТКОВЫЕ МАТЕРИАЛЫ

Определение содержания влаги.

Гравиметрический метод высушивания под давлением

(EN 12049:1996, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2013

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 № 44-2013 от 14 ноября 2013 г.)

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
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен европейскому региональному стандарту EN 12049:1996 Solid fertilizers and liming material – Determination of moisture content – Gravimetric method by drying under reduced pressure (Твердые удобрения и известковые материалы. Определение содержания влаги. Гравиметрический метод высушивания при пониженном давлении).

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 стандарта, на который дана ссылка, имеются в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным 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. № 734-ст межгосударственный стандарт
ГОСТ EN 12049—2013 введен в действие в качестве национального стандарта
Российской Федерации с 1 января 2015 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом 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

© Стандартиформ, 2013

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	Сущность метода.....
4	Реактивы.....
5	Средства измерений, вспомогательные устройства и материалы
6	Подготовка образца для анализа.....
7	Проведение анализа.....
8	Обработка результатов.....
9	Протокол испытания.....
	Приложение А (справочное) Прецизионность.....
	Приложение ZA (справочное) Библиография.....
	Приложение DA (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным европейским региональным стандар- там

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УДОБРЕНИЯ ТВЕРДЫЕ И ИЗВЕСТКОВЫЕ МАТЕРИАЛЫ

Определение содержания влаги.

Гравиметрический метод высушивания под давлением

Solid fertilizers and liming materials. Determination of moisture content. Gravimetric method by drying under pressure

Дата введения – 2015-01-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический метод определения содержания влаги в удобрениях и известковых материалах высушиванием при пониженном давлении.

Метод неприменим к удобрениям и известковым материалам, содержащим:

- нитрат кальция;
- гидроксид кальция;
- сульфат кальция, содержащий менее двух молекул кристаллизационной воды на каждую молекулу сульфата кальция;
- сульфат магния, содержащий от одной до семи молекул кристаллизационной воды на каждую молекулу сульфата магния;
- соли, которые легко выветриваются при температуре окружающей среды или которые поглощают воду (осушители).

Издание официальное

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходим следующий ссылочный документ. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного документа.

EN 1482:1996 Sampling of solid fertilizers and liming materials (Отбор проб твердых удобрений и известковых материалов)¹⁾

3 Сущность метода

Сущность метода заключается в высушивание навески для анализа при давлении 66×10^3 Па и температуре 25 °С в течение 24 ч и определение потери массы.

4 Реактивы

4.1 Силикагель – индикаторный адсорбент с размером частиц 2–5 мм.

Перед применением около 100 г силикагеля помещают в выпарную чашку (5.4) и регенерируют нагреванием в сушильном шкафу (5.5) при температуре 105 °С в течение 2 ч. Чашку с силикагелем помещают в эксикатор и охлаждают до температуры окружающей среды.

5 Средства измерений, вспомогательные устройства и материалы

Обычное лабораторное оборудование:

5.1 Стаканчик для взвешивания (бюкс) диаметром 70 – 80 мм с притертой

¹⁾ Действует EN 1482-1:2007 Fertilizers and liming materials – Sampling and sample preparation – Part 1: Sampling (Удобрения и известковые материалы. Отбор проб и подготовка проб. Часть 1. Отбор проб) и EN 1482-2:2007 Fertilizers and liming materials – Sampling and sample preparation – Part 2: Sample preparation (Удобрения и известковые материалы. Отбор проб и подготовка проб. Часть 2. Подготовка проб).

крышкой.

5.2 Эксикатор вакуумный внутренним диаметром примерно 200 мм, заполненный подготовленным силикагелем (4.1).

5.3 Насос вакуумный с манометром.

5.4 Чаша выпарная внутренним диаметром около 100 мм.

5.5 Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева $(105 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

6 Подготовка образца для анализа

Готовят образец для анализа без истирания в соответствии с EN 1482.

При необходимости быстро дробят (не истирают) материал в ступке. Смешивают весь материал и немедленно отбирают навеску для анализа (7.1).

Примечание – Желательно дробить материал при относительной влажности воздуха 40 % – 60 %.

7 Проведение анализа

7.1 Навеска для анализа

Высушивают стаканчик для взвешивания (5.1) со снятой крышкой в сушильном шкафу (5.5) при температуре $105 ^\circ\text{C}$ в течение 2 ч. Затем закрытый крышкой стаканчик охлаждают в эксикаторе до температуры окружающей среды и взвешивают с точностью до 0,001 г. Взвешивают около 10 г анализируемого образца с точностью до 0,001 г в подготовленном стаканчике с пробкой, расположенной рядом.

7.2 Определение

Стаканчик для взвешивания (5.1) с навеской для анализа вместе со снятой крышкой помещают в эксикатор (5.2), заполненный подготовленным силикагелем.

Используя вакуумный насос (5.3), снижают давление в эксикаторе до абсолютного давления $(66 \pm 1,3) \times 10^3$ Па [(500 ± 10) мм рт. ст.] и выдерживают при этом давлении в течение 24 ч при температуре (25 ± 3) °С.

Предупреждение – Перед использованием необходимо проверить вакуумный эксикатор на отсутствие дефектов. Он должен быть помещен за защитный экран перед применением вакуума и не должен передвигаться, пока не будет восстановлено атмосферное давление.

Позволяют давлению внутри эксикатора вернуться к атмосферному путем постепенного допуска воздуха, который был высушен при пропускании через активированный силикагель (4.1). Открывают эксикатор, быстро снимают крышку со стаканчика для взвешивания и взвешивают его, пробку и содержимое с точностью до 0,001 г.

Проводят не менее двух параллельных определений.

8 Обработка результатов

Массовую долю воды в удобрении, %, вычисляют по формуле

$$\frac{m_0 - m_1}{m_0} 100 \quad (1)$$

где m_0 – масса навески до высушивания, г,

m_1 – масса навески после высушивания, г.

За результат измерения принимают среднеарифметическое значение не менее двух определений, вычисленное до 0,1 % масс.

9 Протокол и испытания

Протокол испытания должен содержать:

- a) ссылку на настоящий стандарт;
- b) метод отбора и подготовки проб;
- c) результаты и используемый метод выражения;
- d) всю информацию, необходимую для полной идентификации образца;
- e) любые отклонения параметров, полученных в ходе анализа;
- f) любые операции, не включенные в настоящий стандарт или рассматриваемые как дополнительные.

Приложение А
(справочное)
Прецизионность

А.1 Основные положения

Данные прецизионности были определены из эксперимента, проведенного в 1979 г. с участием 21 лаборатории, использующей один образец каждого из пяти различных видов удобрений. Так как нет уверенности, являются ли эти данные верными для всех удобрений, к которым применяется настоящий стандарт, они включены только в справочных целях.

А.2 Сходимость

Абсолютное расхождение между двумя результатами независимых единичных испытаний, полученными на идентичном анализируемом материале одним и тем же лаборантом с использованием одного и того же оборудования в течение короткого промежутка времени, будет превышать предел повторяемости r , вычисляемый по формуле (2), в среднем не чаще одного раза в 20 случаях при нормальном и правильном проведении метода.

$$r = 0,1\sqrt{m}, \quad (2)$$

где m – среднеарифметическое значение двух результатов испытаний (т. е. двух измерений).

А.3 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между двумя результатами независимых единичных испытаний, полученными двумя лаборантами, работающими в разных лабо-

раториях, использующими идентичный анализируемый материал, должно превышать предел воспроизводимости R , вычисляемый по формуле (3), в среднем не чаще одного раза в 20 случаях при нормальном и правильном проведении метода.

$$R = 0,4\sqrt{M}, \quad (3)$$

где M – среднеарифметическое значение двух результатов испытаний (т.е. двух измерений).

Приложение ZA

(справочное)

Библиография

ISO 3963:1977 Fertilizers — Sampling from a conveyor by stopping the belt (ИСО 3963:1977 Удобрения. Отбор проб с конвейера во время остановки)

ISO 7742:1988 Solid fertilizers — Reduction of samples (ИСО 7742:1988 Твердые удобрения. Измельчение проб)

ISO 8633:1992 Solid fertilizers — Simple sampling method for small lots (ИСО 8633:1992 Удобрения твердые. Упрощенный метод отбора проб для небольших партий)

Приложение Д.А
(справочное)

**Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным
европейским региональным стандартам**

Таблица Д.А.1

Обозначение и наименование ссылочного европейского ре- гионального стандарта	Степень со- ответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
EN 1482-1:2007 Удобрения и известковые материалы. От- бор проб и подготовка проб. Часть 1. Отбор проб	IDT	ГОСТ EN 1482-1–2013 Удобрения и известковые материалы. Отбор проб и подготовка проб. Часть 1. Отбор проб
EN 1482-2:2007 Удобрения и известковые материалы. От- бор 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
<p>Примечание – В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:</p> <p>IDT – идентичные стандарты.</p>		

УДК 631.82:546.212.06:006.354

МКС 65.080

IDT

Ключевые слова: твердые удобрения, известковые материалы, испытание, определение содержания, влага, гравиметрический метод высушивания под давлением

Руководитель организации-разработчика
Первый заместитель директора
ФГУП «ВНИЦСМВ»

Е.И. Выбойченко

Руководитель разработки
Начальник отдела 120
ФГУП «ВНИЦСМВ»

Н.М. Муратова

Ответственный исполнитель
Инженер отдела 120
ФГУП «ВНИЦСМВ»

И.А. Косоруков