
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 Арме- ния
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казах- стан
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 ЗА (справочное) Библиография.....	
Приложение Д.А (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 $[(500 \pm 10)$ мм рт. ст.] и выдерживают при этом давлении в течение 24 ч при температуре $(25 \pm 3) ^\circ\text{C}$.

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 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-

о

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 Удобре- ния 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 Удобре- ния 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