МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ EN 14397-2— 2014

УДОБРЕНИЯ И ИЗВЕСТКОВЫЕ МАТЕРИАЛЫ

Определение содержания диоксида углерода

Часть 2

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДЛЯ ИЗВЕСТКОВЫХ МАТЕРИАЛОВ

(EN 14397-2:2004, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

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 № 45-2014 от 25 июня 2014 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
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Настоящий стандарт идентичен европейскому региональному стандарту EN 14397-2:2004 Fertilizers and liming materials - Determination of carbon dioxide - Part 2: Method for liming materials (Удобрения и известковые материалы. Определение диоксида углерода. Часть 2. Метод для известковых материалов).

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

Перевод с английского языка (en).

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

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным европейским региональным стандартам приведены в дополнительном приложении Д.А.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и

метрологии от 8 сентября 2014 г. № 1019-ст межгосударственный стандарт ГОСТ EN 14397-2—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

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, 2014

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 Реактивы .....
6 Оборудование .....
7 Отбор проб .....
8 Проведение анализа .....
9 Обработка результатов .....
10 Прецизионность .....
11 Протокол испытаний .....
Библиография .....
Приложение Д.А (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным европейским региональным стандартам .....

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УДОБРЕНИЯ И ИЗВЕСТКОВЫЕ МАТЕРИАЛЫ

Определение содержания диоксида углерода

Часть 2

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДЛЯ ИЗВЕСТКОВЫХ МАТЕРИАЛОВ

Fertilizers and liming materials. Determination of carbon dioxide content.

Part 2. Method for liming materials

Дата введения – 2016–01–01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания диоксида углерода в известковых материалах.

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):

Издание официальное

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

EN 12944-3:2001 Fertilizers and liming materials – Vocabulary – Part 3: Terms relating to liming materials (Удобрения и известковые материалы. Словарь. Часть 3. Термины, относящиеся к известковым материалам)

EN ISO 3696 Water for analytical laboratory use. Specification and test methods (ISO 3696:1987) [Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний (ИСО 3696:1987)]

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют термины по EN 12944-3:2001.

4 Сущность метода

Сущность метода заключается в выделении диоксида углерода, содержащегося в известковых материалах в виде карбонатов, в результате взаимодействия с соляной кислотой, и определении объема выделяющегося газа.

5 Реактивы

5.1 Общие указания

Анализ проводят, используя реактивы установленной аналитической степени чистоты и воду в соответствии с EN ISO 3696, сорт 3.

5.2 Концентрированная соляная кислота, плотностью $\rho_{20}(HCl)$ = от 1,18 г/см^3 до 1,19 г/см^3.

5.3 Разбавленная соляная кислота, плотностью $\rho_{20}(HCl)$ = 1,09 г/см^3

Готовят разбавлением концентрированной кислоты (5.2) водой в объемном соотношении 1:1.

5.4 Концентрированная серная кислота, плотностью $\rho_{20}(H_2SO_4)$ = 1,84 г/см^3.

5.5 Сульфат натрия Na_2SO_4.

[1)] Действуют 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).

5.6 Запирающая жидкость; готовят следующим образом: навеску сульфата натрия массой 20 г растворяют в воде, добавляют 5 $см^3$ концентрированной серной кислоты (5.4) и доводят объем раствора водой до 100 $см^3$. Подкрашивают раствор несколькими каплями раствора метилового красного (5.8). Запирающая жидкость должна быть насыщена диоксидом углерода.

5.7 Спирт этиловый, раствор с массовой долей $w(C_2H_5OH) = 95,6$ %.

5.8 Раствор метилового красного; готовят следующим образом: 0,1 г метилового красного растворяют в 50 $см^3$ этилового спирта (5.7). Доводят объем раствора водой до 100 $см^3$ и перемешивают.

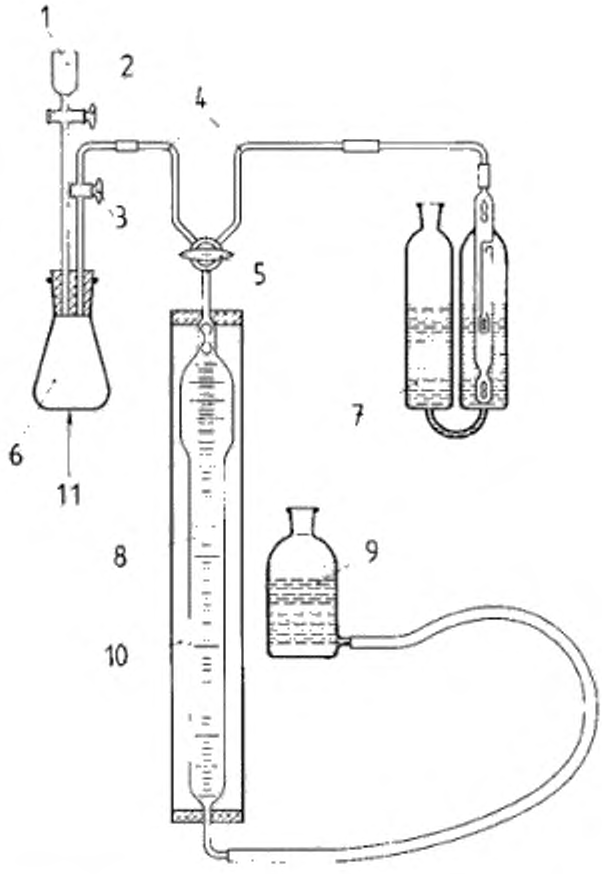
5.9 Калия гидроксид, раствор с массовой долей $w(KOH) = 50$ %.

5.10 Карбонат кальция $CaCO_3$, предварительно высушенный и доведенный до постоянной массы при температуре 250 °С.

5.11 Сульфата меди (II) пентагидрат $CuSO_4 \cdot 5H_2O$.

6 Оборудование

6.1 Оборудование для выделения и определения диоксида углерода, как показано на рисунке 1.



1 – капельница вместимостью 25 см³; *2* – запорный кран 1; *3* – запорный кран 2; *4* – капиллярная трубка; *5* – трехходовый кран; *6* – нагреваемая колба для разложения вместимостью 50 см³; *7* – абсорбционный сосуд вместимостью 100 см³, содержащий раствор КОН; *8* – измерительная бюретка вместимостью 100 см³; *9* – склянка для приведения уровня вместимостью 200 см³, содержащая запирающую жидкость; *10* – трубка, наполненная водой;, *11* – нагревательное оборудование

Рисунок 1 – Оборудование для выделения и определения диоксида углерода

6.2 Весы лабораторные с точностью взвешивания до 0,0001 г.

6.3 Нагревательное оборудование, электрическое или газопламенное.

7 Отбор проб

Отбор проб проводят в соответствии с EN 1482.

8 Проведение анализа

8.1 Масса анализируемого образца

Масса анализируемого образца, необходимая для анализа, зависит от предполагаемого содержания диоксида углерода, ее выбирают в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1

Ожидаемое содержание диоксида углерода, масс. %	Масса анализируемого образца, г
Св. 15 % до 50 % включ.	0,1
Св. 10 % до 15 % включ.	0,3
Св. 5 % до 10 % включ.	0,5
Св. 2 % до 5 % включ.	1,0
От 0 % до 2 % включ.	2,0

8.2 Определение

Массу анализируемого образца, отобранную в количестве указанном в 8.1, взвешивают с точностью до 0,1 мг в колбе для разложения. В колбу добавляют небольшое количество воды и вносят на кончике шпателя сульфат меди, необходимый для связывания, выделяющегося в результате реакции сероводорода.

Подсоединяют колбу для разложения в соответствии с рисунком 1, используя пробку с двумя отверстиями для капиллярных трубок. Капельницу и соединительную трубку, ведущую к измерительной бюретке, присоединяют через пробку. Открывают запорные краны в этих двух линиях. Трехходовый кран устанавливают таким образом, чтобы он соединял колбу для разложения и измерительную бюретку. Измерительную бюретку наполняют запирающей жидкостью (5.6) до трехходового крана, путем поднятия склянки для приведения уровня. Затем закрывают запорный кран 1 и наполняют капельницу разбавленной соляной кислотой (5.3). Разбавленную соляную кислоту (5.3) добавляют в колбу через капельницу, заполняя колбу до половины ее вместимости. При закрытии крана 1 небольшое количество кислоты остается как запирающая жидкость в воронке капельницы.

После 3 мин протекания реакции смесь нагревают до кипения и кипятят в

течение 3 мин. Полностью заполняют колбу для разложения разбавленной соляной кислотой (5.3) до запорного крана 2 через капельницу для перемещения оставшихся газов смеси в измерительную бюретку. Внимательно следят за тем, чтобы разбавленная соляная кислота не переливалась. Закрывают измерительную бюретку трехходовым краном. Через 5 мин приводят запирающую жидкость (5.6) в измерительной бюретке и склянке к одному уровню и записывают объем газа V_1.

Поворачивают трехходовый кран, соединяя измерительную бюретку и абсорбционный сосуд, и промывают собранную смесь воздуха и диоксида углерода. Для этого поднимают склянку для выравнивания уровня так, чтобы весь газ принудительно прошел через раствор гидроксида калия в абсорбционном сосуде. Таким образом поглощают диоксид углерода. Повторяют процесс поглощения путем поднятия склянки для приведения уровня семь-восемь раз до тех пор, пока измерительная бюретка не будет содержать только остаточный газ. Затем перекрывают трехходовый кран, приводят запирающую жидкость в бюретке и абсорбционном сосуде к одному уровню и записывают объем газа V_2.

Примечание – Разность объемов V_1-V_2 соответствует содержанию диоксида углерода в образце.

8.3 Калибровка оборудования

Взвешивают 0,1 г карбоната кальция (5.10) с точностью до 0,0001 г в колбе для разложения (см. рисунок 1). Выполняют определение, как указано в 8.2.

Примечание – Разность объемов V_3-V_4 соответствует содержанию диоксида углерода в калибровочном материале.

Поправку F_1 абсорбционной установки вычисляют по формуле

$$F_1 = \frac{82{,}96\,T}{(V_3 - V_4)\,\rho}, \qquad (1)$$

где T – температура проведения опыта, К;

V_3 – объем газа, выделившийся при разложении калибровочного материала, см^3;

V_4 – объем газа, выделившийся при разложении калибровочного материала после абсорбции, см^3;

ρ – корректные показания барометра, гПа.

F_1 должно принимать значения от 1,00 до 1,04. В обратном случае оборудование должно быть проверено на герметичность и надлежащее

функционирование, а калибровка должна быть проведена повторно.

9 Обработка результатов

Содержание диоксида углерода $w(CO_2)$, масс. %, вычисляют по формуле

$$w_{CO_2} = 0{,}053 F_1 \frac{(V_1 - V_2)\rho}{Tm}, \quad (2)$$

где F_1 – поправка, вычисленная по формуле (1);

V_1 – объем газа, выделившийся при разложении пробы, см^3;

V_2 – объем газа, выделившийся при разложении пробы после абсорбции, см^3;

ρ – корректные показания барометра, гПа;

T – температура проведения опыта, К;

m – масса пробы анализируемого образца, г.

Если калибровку и определение проводят сразу друг за другом, то температуру и давление из расчетов исключают. В таком случае формула (2) упрощается до формулы

$$w_{CO_2} = \frac{4{,}397(V_1 - V_2)}{(V_3 - V_4)m}. \quad (3)$$

10 Прецизионность

10.1 Общие положения

Значения предела повторяемости r, и предела воспроизводимости R, получены в межлабораторном эксперименте с участием образцов, содержащих строительную известь в соответствии с EN 459-2.

10.2 Повторяемость

Абсолютное расхождение между двумя результатами независимых испытаний, полученными одним и тем же методом на идентичном анализируемом образце, в одной и той же лаборатории одним оператором, с использованием одного и того же оборудования в течение короткого интервала времени, будет превышать значение предела повторяемости r не более чем в 5 % случаев. Предел повторяемости вычисляют по формуле $r = 2{,}8\ S_r$, где S_r – стандартное отклонение повторяемости.

Значение S_r вычисляют по формуле

$$S_r = 0{,}065\, w_{CO_2} \qquad (4)$$

10.3 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между двумя результатами независимых испытаний, полученными одним и тем же методом на идентичном анализируемом образце в разных лабораториях разными операторами, с использованием разного оборудования, будет превышать предел воспроизводимости R не более чем в 5 % случаев. Предел повторяемости R вычисляют по формуле $R = 2{,}8\ S_R$, где S_R – стандартное отклонение воспроизводимости.

Значение S_R вычисляют по формуле

$$S_R = 0{,}09\, w_{CO_2}. \qquad (5)$$

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

a) все сведения, необходимые для полной идентификации пробы;

b) ссылку на настоящий стандарт;

c) результаты и единицы измерения, в которых выражен результат;

d) любые отклонения, наблюдаемые в ходе испытаний;

e) все операции, не указанные в методе или рассматривающиеся как дополнительные, которые могут повлиять на результаты.

Приложение ДА

(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным европейским региональным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
EN 1482-1:2007 Удобрения и известковые материалы. Отбор 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. Отбор 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
EN 12944-3:1999 Удобрения и известковые материалы. Словарь. Часть 3. Термины относящиеся к известковым материалам	—	*
EN ISO 3696:1995 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний (ИСО 3696:1987)	—	*

*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

EN 196-21 Method of testing cement – Part 21: Determination of the chloride, carbon dioxide and alkali content of cement (Методы испытания цементов. Часть 21. Определение содержания хлоридов, диоксида углерода, щелочей в цементах)

EN 459-2 Building lime – Part 2: Test methods (Известь строительная. Часть 2. Методы испытаний)

VDLUFA, Manual II of analysing method for fertilizers. (VDLUFA-Verlag, Bismarckstraße 41 A, D-64293 Darmstadt) [Руководство II по аналитическим методам для удобрений (VDLUFA-Verlag, Бисмаркштрассе 41 A, D-64293 Дармштадт)]

УДК 661.152:006.354 МКС 65.080 IDT

Ключевые слова: удобрения и известковые материалы, испытание, определение содержания, диоксид углерода

Руководитель организации-разработчика
Директор
ФГУП «ВНИЦСМВ» Д.О. Скобелев

Руководитель разработки
Заместитель начальника отдела 121
ФГУП «ВНИЦСМВ» В.М. Костылева

Ответственный исполнитель
Инженер отдела 120
ФГУП «ВНИЦСМВ» Т.В. Котова

gost.e-ecolog.ru