МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ EN 14787— 2016

УДОБРЕНИЯ И ИЗВЕСТКОВЫЕ МАТЕРИАЛЫ

Определение содержания воды
Руководства и рекомендации

(EN 14787:2005, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной 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 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 29 марта 2016 г. № 86–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 12 сентября 2016 г. № 1116–ст межгосударственный стандарт ГОСТ EN 14787—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 марта 2017 г.

5 Настоящий стандарт идентичен европейскому региональному стандарту EN 14787:2005 «Удобрения и известковые материалы. Определение содержания воды. Руководства и рекомендации.» («Fertilizers and liming materials – Determination of water content – Guidelines and recommendations», 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 Методы определения воды .....

5 Влияние измельчения на содержание воды .....

6 Выводы .....

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

Библиография .....

Введение

В настоящее время существуют четыре стандарта на методы (EN 12048, EN 12049, EN 13466-1 и EN 13466-2), применяемые для определения содержания воды в удобрениях и известковых материалах. Качественные характеристики удобрений, особенно физические и объемные свойства, влияющие на их хранение и применение, широко используют для регулирования содержания воды в твердых удобрениях. Следовательно, содержание воды – очень важный параметр в производстве и контроле качества продукции. Термин «содержание влаги» часто используют, чтобы характеризовать количество воды, присутствующее в удобрении.

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 И ИЗВЕСТКОВЫЕ МАТЕРИАЛЫ

Определение содержания воды.

Руководства и рекомендации

Fertilizers and liming materials. Determination of water content. Guidelines and recommendations

Дата введения — 2017 — 03 — 01

1 Область применения

Настоящий стандарт содержит руководство по выбору подходящего метода определения содержания воды, в зависимости от состояния, в котором она находится в определенном типе удобрения, и интерпретацию полученных результатов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного документа. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения).

EN 12048:1996 Solid fertilizers and liming materials – Determination of moisture content – Gravimetric method by drying at (105+/-2) °C (ISO 8190:1992) [Удобрения твердые и известковые материалы. Определение содержания влаги. Гравиметрический метод высушиванием при температуре (105 ± 2) °C]

Издание официальное

EN 12049:1996 Solid fertilizers and liming materials – Determination of moisture content – Gravimetric method by drying under reduced pressure (ISO 8189:1992) [Удобрения твердые и известковые материалы. Определение содержания влаги. Гравиметрический метод высушиванием при пониженном давлением]

EN 13466-1:2002 Fertilizers – Determination of water content (Karl-Fischer-methods) – Part 1: Methanol as extracting medium [Удобрения. Определение содержания воды (метод Карла Фишера). Часть 1. Метанол в качестве экстрагирующего агента]

EN 13466-2:2002 Fertilizers – Determination of water content (Karl-Fischer-methods) – Part 2: 2-propanol as extracting medium [Удобрения. Определение содержания воды (метод Карла Фишера). Часть 2. 2-пропанол в качестве экстрагирующего агента]

EN 12944-2:2002 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]

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

Примечание – Вода может содержаться в нескольких формах [1]. Она может присутствовать в качестве примеси из атмосферы или может быть химически связана в образце.

3.1 химически связанная вода (essential water)**:** Вода в стехиометрических количествах, являющаяся неотъемлемой частью молекулярной или кристаллической структуры.

3.2 кристаллизационная вода (water of crystallisation)**:** Химически связанная вода, присутствующая в стабильном твердом гидрате.

3.3 конституционная вода (water of constitution)**:** Химически связанная вода,

которая выделяется при разложении твердых веществ.

3.4 физически связанная вода (non-essential water): Вода в нестехиометрических количествах, которая удерживается в результате воздействия физических сил.

Примечание – Термин «свободная вода» часто используют, чтобы описать физически связанную воду и лучше согласовать физические и объемные свойства.

3.5 адсорбированная вода (adsorbed water): Физически связанная вода, которая удерживается на поверхности твердых веществ во влажной среде.

Примечание – Количество адсорбированной воды зависит от типа удобрения, влажности, температуры и удельной площади поверхности твердого вещества.

3.6 абсорбированная вода (absorbed water): Физически связанная вода, которая удерживается в конденсированной фазе в капиллярных порах твердых веществ.

Примечание – Количество капиллярной воды, которое содержится в твердых веществах, сильно зависит от температуры и влажности.

3.7 окклюдированная вода (occluded water): Жидкая вода, заключенная в микроскопические карманы по всем твердым кристаллам.

4 Методы определения воды

4.1 Основные положения

Степень удаления химически связанной воды из образца высушиванием или химическими методами, такими как метод Карла Фишера, существенно зависит от свойств кристаллизационной воды и кристаллической структуры образца, хотя метод Карла Фишера считается более эффективным. При любом методе определения часть воды может быть полностью удалена, часть удалена частично и часть невозможно удалить, что усложняет интерпретацию полученных результатов определения воды в удобрениях, поскольку существует огромное разнообразие компонентов,

присутствующих в удобрениях. Как описано в EN 13466-1 и EN 13466-2, экстрагент также играет важную роль при определении содержания воды методом Карла Фишера.

4.2 Гравиметрические методы

4.2.1 Основные положения

В целом, высушивание образца в печи довольно распространенный метод для определения содержания воды в твердых образцах. До тех пор, пока масса образца не станет постоянной, потерю массы считают количественной мерой воды. Большое преимущество этого анализа заключается в его простоте, но т. к. при нагревании, кроме выделения воды, существуют другие процессы, результаты этого анализа не являются самыми надежными для всех видов продукции. Наиболее возможным побочным эффектом является удаление других летучих компонентов и разложение одного или более компонентов, приводящих к выделению газообразных веществ.

Адсорбированную воду достаточно легко удаляют при температуре приблизительно 100 °С и достигают равновесия за небольшой промежуток времени. В соответствии с EN 12048, нагревание проводят при температуре 105 °С, поэтому практически вся адсорбированная вода образца может быть удалена. Также возможно удаление некоторого количества химически связанной воды.

Абсорбированную и окклюдированную воду не так легко удалить высушиванием при температуре 105 °С. Чтобы достичь постоянной массы при наличии воды в этих формах, может потребоваться намного больше времени или более высокая температура. Даже в этом случае удаление воды будет завершено не полностью.

Существует два метода определения содержания влаги, установленных в европейских региональных стандартах EN 12048 и EN 12049.

4.2.2 EN 12048 «Удобрения твердые и известковые материалы. Определение содержания влаги. Гравиметрический метод высушивания при температуре (105 ± 2) °С»

Метод заключается в высушивании анализируемой пробы в течение 5 ч при температуре (105 ± 2) °С и определении потери массы.

Результат выражают как массовую долю, %.

4.2.3 EN 12049 «Удобрения твердые и известковые материалы. Определение содержания влаги. Гравиметрический метод высушиванием при пониженном давлением»

Метод заключается в высушивании анализируемого образца под давлением ($66 \cdot 10^3$) Па и при температуре 25 °С в течение 24 ч и определении потери массы.

Результат выражают как массовую долю, %.

4.3 Методы экстракции

4.3.1 Введение

Существует два метода определения содержания влаги, установленных в европейских региональных стандартах EN 13466-1 и EN 13466-2.

4.3.2 EN 13466-1 «Удобрения. Определение содержания воды (метод Карла Фишера). Часть 1. Метанол в качестве экстрагирующего агента»

Метод заключается в экстракции воды из удобрения в метанол и титровании экстрагированной воды реагентом Карла Фишера, предварительно стандартизированного путем титрования известной массы воды.

Результат, выраженный в массовых процентах, включает «свободную воду» и экстрагированную кристаллизационную воду ряда компонентов, возможно присутствующих в удобрениях.

4.3.3 EN 13466-2 «Удобрения. Определение содержания воды (метод Карла Фишера). Часть 2. 2-пропанол в качестве экстрагирующего агента»

Метод заключается в экстракции воды из удобрения в 2-пропанол, разделении чистого раствора и титровании экстрагированной воды реагентом Карла Фишера, предварительно стандартизированного путем титрования известной массы воды.

Результат, выраженный в массовых процентах, включает «свободную воду» и экстрагированную кристаллизационную воду ряда компонентов, возможно присутствующих в удобрениях.

4.4 Обзор существующих методов

В таблице 1 представлен обзор четырех существующих методов определения содержания воды в удобрениях и известковых материалах. Для типов удобрений, не приведенных в таблице, применимость и точность методов должны быть изучены в дальнейшем.

Важно упоминать применяемый метод при составлении отчетов по любым результатам для воды.

Таблица 1 – Существующие методы

Метод (EN)	Применим к (примеры)	Не применим к (примеры)	Состояние воды
EN 12048	- твердые известковые материалы; содержащие кремний - твердые известковые материалы; содержащие углерод - твердые фосфатные удобрения следующих типов: – суперфосфаты; – природные фосфаты; – фосфоритная мука; – растворимые фосфатные руды.	- гашеная и негашеная известь; - соединения аммония; - магниевые сульфаты.	Влага[a]

Окончание таблицы 1

Метод (EN)	Применим к (примеры)	Не применим к (примеры)	Состояние воды
EN 12049		Удобрения и известковые материалы, содержащие: – нитрат кальция; – гидрокид кальция; – сульфат кальция, содержащий менее чем две молекулы кристаллизационной воды; сульфат магния, содержащий 1:7 молекул кристаллизационной воды; – соли, которые легко выкристаллизовываются при температуре окружающей среды или которые абсорбируются водой	Влага[a]
EN 13466-1	Все твердые минеральные удобрения		Включает «свободную воду» и экстрагированную кристаллизационную воду ряда компонентов, возможно присутствующих в удобрениях
EN 13466-2	Все твердые минеральные удобрения		Включает «свободную воду» и экстрагированную кристаллизационную воду ряда компонентов, возможно присутствующих в удобрениях

[a] Определение термина «влага» см. в EN 12944-2. Определение содержания влаги в удобрениях установлено в EN 12048 и EN 12049.

5 Влияние измельчения на содержание воды

Содержание воды в твердых веществах часто значительно меняется во время измельчения или в процессе дробления. Наблюдают как увеличение, так и уменьшение содержания воды.

Уменьшение содержания воды, например, может быть обнаружено, при измельчении твердых веществ, содержащих кристаллизационную воду. Местный нагрев в процессе измельчения или дробления вероятнее всего является причиной этого явления. Кроме потери воды, измельчение может также вызывать потери аммиака за счет эффекта нагревания. Окклюдированную воду можно также испарять за счет разрушения некоторых пустот в процессе дробления, в результате чего уменьшается содержание воды.

С другой стороны, измельчение может также вызывать дополнительное поглощение воды в связи с увеличением поверхности, подверженной воздействию атмосферы, и гигроскопичностью продукта, которая в случае удобрений имеет особое значение.

Существует высокий риск поглощения воды в процессе отбора, подготовки и хранения проб. В связи с этим, любое несоответствие методу приводит к ошибочным данным по содержанию воды и к неправильному толкованию ожидаемых физических и объемных свойств.

6 Выводы

Учитывая различные состояния, в которых вода присутствует в твердых удобрениях, и особенности каждого из используемых методов для определения воды, этого недостаточно, чтобы сделать соответствующий выбор метода для особых типов удобрений.

В таблице 1 показан наиболее подходящий выбор метода для некоторых

широко используемых типов удобрений и состояний, в которых вода находится после него. Несмотря на это, невозможно установить в какой степени гравиметрические методы охватывают различные состояния воды. Кроме того, даже когда кристаллизационную воду экстрагируют метанолом по методу Карла Фишера, это не гарантирует того, что вода в этом состоянии полностью экстрагирована. В итоге можно лишь утверждать, что нельзя сравнивать результаты, полученные с использованием различных методов. Единственным способом сравнения является оценка результатов, полученных тем же методом, который представлен в протоколе испытаний.

Кроме того, важно подчеркнуть необходимость качественного протокола отбора проб и точно установленных процедур подготовки пробы, для того чтобы они были готовы к использованию.

Следовательно, должны быть приняты все меры, чтобы избежать любых изменений в составе пробы и его воспроизводимости в процессе подготовки лабораторной пробы для определения содержания воды.

Приложение ДА

(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных европейских региональных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного европейского регионального стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
EN 12048:1996	IDT	ГОСТ EN 12048—2013 «Удобрения твердые и известковые материалы. Определение содержания влаги. Гравиметрический метод высушивания при температуре (105 ± 2) °С»
EN 12049:1996	IDT	ГОСТ EN 12049—2013 «Удобрения твердые и известковые материалы. Определение содержания влаги. Гравиметрический метод высушивания под давлением»
EN 13466-1:2002	IDT	ГОСТ EN 13466-1—2013 «Удобрения. Определение содержания воды (методы Карла Фишера). Часть 1. Метанол как экстрагирующее вещество»

Окончание таблицы ДА.1

Обозначение ссылочного европейского регионального стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
EN 13466-2:2002	IDT	ГОСТ EN 13466-2—2013 «Удобрения. Определение содержания воды (методы Карла Фишера). Часть 2. 2-пропанол как экстрагирующее вещество»
EN 12944-2:2002	—	*

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык европейского регионального стандарта. Официальный перевод данного европейского регионального 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] W.F.Hillebrand, et all, Applied Inorganic Analysis, 2nd edition , NY: Wiley, 1952

УДК 631.82:006.354 МКС 65.080 IDT

Ключевые слова: удобрения, известковые материалы, содержание воды, руководства, рекомендации

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

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

gost.e-ecolog.ru