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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 8.613— 2012

Государственная система обеспечения единства измерений

УДОБРЕНИЯ МИНЕРАЛЬНЫЕ

Экспрессные методы определения влаги

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии, ТК 426 «Измерение влажности твердых и сыпучих веществ»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации по переписке (протокол от 3 декабря 2012 г. № 54-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	Узгосстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 1 августа 2013 г. № 472-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 8.613—2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2015 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Февраль 2019 г.

*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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2014, 2019

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

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

Государственная система обеспечения единства измерений

УДОБРЕНИЯ МИНЕРАЛЬНЫЕ

Экспрессные методы определения влаги

State system for ensuring the uniformity of measurements.
Mineral fertilizers. Express methods of moisture content determination

Дата введения — 2015—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на минеральные удобрения и промежуточные продукты в процессе производства минеральных удобрений (далее — промпродукты) и устанавливает следующие экспрессные методы определения влаги в диапазоне от 0,01 % до 12 % массовой доли влаги:

- инфракрасный термогравиметрический метод;
- метод инфракрасной спектроскопии в условиях лаборатории и конвейерного производства.

В качестве арбитражного метода используют метод определения гигроскопической и общей воды в сушильном шкафу по ГОСТ 20851.4.

Метод инфракрасной спектроскопии предназначен только для проведения технологического контроля и предварительного контроля готового продукта в производстве минеральных удобрений.

Указанные методы не предназначены для определения кристаллизационной воды в минеральных удобрениях.

Допускается применять настоящий стандарт при разработке, аттестации и стандартизации методик измерений массовой доли влаги в минеральных удобрениях с использованием средств измерений конкретных типов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 1.2—2009 Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены[1)]

ГОСТ 1.5—2001 Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Общие требования к построению, изложению, оформлению, содержанию и обозначению

ГОСТ 8.010—99 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений[2)]

[1)] Заменен на ГОСТ 1.2—2015.

[2)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 8.563—2009 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений».

Издание официальное

ГОСТ 8.630—2013 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания влаги в твердых веществах и материалах

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 20432—83 Удобрения. Термины и определения

ГОСТ 20851.4—75 Удобрения минеральные. Методы определения воды

ГОСТ 21560.0—82 Удобрения минеральные. Методы отбора и подготовки проб

ГОСТ 29027—91 Влагомеры твердых и сыпучих веществ. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины, определения и сокращения

3.1 В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 8.681, ГОСТ 20432, ГОСТ 29027, [1], [2][1)].

3.2 В настоящем стандарте использованы следующие сокращения:

БИК — ближний инфракрасный;

ГХ — градуировочная характеристика;

ИК — инфракрасный;

ТГ — термогравиметрический;

РЭ — руководство по эксплуатации.

4 Общие положения

4.1 Инфракрасный термогравиметрический метод

4.1.1 ИК ТГ метод определения массовой доли влаги заключается в измерении массы образца анализируемого вещества до и после его высушивания под действием инфракрасного излучения.

4.1.2 ИК ТГ влагомеры разных типов характеризуются различными источниками ИК излучения, их геометрией, мощностью излучения; диапазоном и точностью поддержания температуры в рабочей камере; диапазоном и погрешностью взвешивания. Особенность ИК ТГ метода — необходимость задания параметров режима измерений (температуры и времени высушивания, массы образца), обеспечивающих полное удаление влаги (приложение А) из анализируемого вещества без его разложения, а также отсутствие систематического сдвига между среднеарифметическими результатами измерений массовой доли влаги, полученными арбитражным и ИК ТГ методом.

4.1.3 Параметры режима измерений массовой доли влаги (температуры и времени высушивания, массы образца), выбранные с учетом положений приложения А, экспериментально подтверждают при внедрении методики в практику лаборатории, а затем, при необходимости, устанавливают в методиках измерений массовой доли влаги в минеральных удобрениях и промпродуктах для ИК ТГ влагомеров конкретного типа.

4.2 Метод ближней инфракрасной спектроскопии

4.2.1 Метод БИК спектроскопии основан на зависимости массовой доли влаги и интенсивности отражения БИК излучения, поглощаемого молекулами воды на выделенных длинах волн.

4.2.2 Приведенная в приложении Б методика градуировки может быть использована для градуировки влагомеров любых типов, реализующих не только метод БИК спектроскопии.

[1)] См. также [3].

4.3 Разработку, аттестацию и стандартизацию методик измерений массовой доли влаги в минеральных удобрениях и промпродуктах для средств измерений конкретного типа проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 8.010, ГОСТ 1.2, ГОСТ 1.5 и настоящего стандарта.

5 Инфракрасный термогравиметрический метод

5.1 Диапазоны измерений и характеристики погрешности результатов измерений массовой доли влаги

5.1.1 ИК ТГ метод обеспечивает получение результатов измерений массовой доли влаги в минеральных удобрениях и промпродуктах в диапазонах измерений и с абсолютными погрешностями, значения которых приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости ИК ТГ метода определения массовой доли влаги

В процентах

Диапазон измерений	Показатель повторяемости (среднеквадратичное отклонение повторяемости) σ_r	Показатель воспроизводимости (среднеквадратичное отклонение воспроизводимости) σ_R	Показатель точности (границы, в которых находится абсолютная погрешность измерения с вероятностью $P = 0,95$) $\pm \Delta$
До 0,50	0,02	0,03	0,09
Св. 0,5 до 2,0	0,07	0,10	0,30
Св. 2,0 до 6,0	0,15	0,20	0,6
Св. 6,0 до 12,0	0,30	0,40	1,20

5.1.2 В настоящем разделе установлены максимальные характеристики погрешности ИК ТГ метода.

5.1.3 По мере накопления результатов при проведении внутреннего контроля и межлабораторных экспериментов показатели качества результатов измерений ИК ТГ методом по настоящему стандарту при его реализации в конкретной лаборатории могут быть уточнены с учетом значений фактически обеспечиваемых лабораторией.

5.2 Условия выполнения измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:
- температура окружающего воздуха — (20 ± 5) °С,
- относительная влажность воздуха — (55 ± 25) %.

Параметры источника питания — в соответствии с условиями эксплуатации (техническими требованиями) применяемого ИК ТГ влагомера.

Рабочее место при выполнении измерений массовой доли влаги ИК ТГ методом должно быть защищено от воздушных потоков и вибраций; вблизи рабочего места не должно быть источников магнитных полей.

5.3 Требования к инфракрасному термогравиметрическому влагомеру

5.3.1 Получение результата измерения массовой доли влаги с характеристиками погрешности, указанными в таблице 1, обеспечивается ИК ТГ влагомером утвержденного типа со следующими основными характеристиками:
- цена наименьшего разряда в единицах массовой доли влаги — 0,01 %;
- наибольший предел взвешивания — не менее 30 г;
- цена наименьшего разряда в единицах массы — не более 0,001 г;
- предел абсолютной погрешности взвешивания — не более 0,005 г;
- диапазон задаваемых температур сушки — не менее 50 °С—180 °С;
- дискретность задаваемых температур сушки — 1 °С.

5.4 Подготовка к выполнению измерений

5.4.1 Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 21560.0 или по нормативным документам на минеральное удобрение и промпродукт конкретного вида.

5.4.2 ИК ТГ влагомер подготавливают к работе в соответствии с РЭ. Параметры режима измерений выбирают с учетом требований 4.1.2—4.1.3.

5.5 Выполнение измерений

5.5.1 Условия выполнения измерений — по 5.2.

5.5.2 При определении массовой доли влаги в минеральных удобрениях и промпродуктах выполняют следующие основные операции:

- в кювете из комплекта ИК ТГ влагомера равномерно распределяют навеску, ориентируясь по показаниям массы на электронном табло влагомера.
- кювету с навеской помещают в рабочую камеру ИК ТГ влагомера и проводят высушивание при параметрах режима измерений, установленных в соответствии с РЭ на ИК ТГ влагомер.

Примечание — Рекомендуемые массы навески и параметры сушки приведены в приложении А.

5.6 Обработка результатов измерений

5.6.1 Изменение массы навески в процессе сушки, математическая обработка и вычисление массовой доли влаги осуществляются автоматически ИК ТГ влагомером с выдачей результата единичного определения на электронном табло влагомера.

ИК ТГ метод предполагает получение результата измерения по одному определению в случаях рутинных анализов.

При проведении контрольных измерений в качестве результата измерений массовой доли влаги принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Примечание — С учетом специфики конструкции ИК ТГ влагомера за параллельные определения массовой доли влаги принимают последовательно проведенные определения массовой доли влаги навесок, отобранных из одной и той же пробы.

5.6.2 Проверка приемлемости результатов определений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов определений, полученных в условиях повторяемости[1)], проводят в следующем порядке.

Если абсолютное расхождение между результатами параллельных определений, полученными в условиях повторяемости, не превышает значения предела повторяемости r, рассчитанного по формуле

$$r = 2{,}77\ \sigma_r, \tag{1}$$

где σ_r — среднеквадратичное отклонение повторяемости для соответствующего диапазона измерений по таблице 1, то за результат измерения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Если абсолютное расхождение превышает предел повторяемости r, получают еще один результат единичного определения.

Если абсолютное расхождение между максимальным и минимальным результатами (диапазон) определений массовой доли влаги ($W_{max} - W_{min}$) не более по значению критического диапазона $CR_{0,95}$ для уровня доверительной вероятности 95 % и числа измерений $n = 3$, то в качестве окончательного результата указывают среднеарифметическое значение результатов трех определений. Значение критического диапазона $CR_{0,95}$ для $n = 3$ находят по формуле

$$CR_{0,95}(n) = f(n)\sigma_r, \tag{2}$$

где $f(n)$ — коэффициент критического диапазона равен 3,3 для $n = 3$.

Если диапазон результатов трех определений превышает значение $CR_{0,95}$, вычисленного по формуле (2), выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и повторяют измерения.

5.6.3 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов измерений[1)] проводят при получении результатов измерений двумя лабораториями. При этом пробы для выполнения измерений должны быть однородными, их число должно быть подготовлено с необходимым для возможных повторных измерений резервом.

Каждая лаборатория получает результаты двух последовательных определений и проводит проверку их приемлемости по 5.6.2.

Совместимость окончательных результатов измерений, полученных двумя лабораториями, проверяют, сравнивая абсолютное расхождение между двумя средними результатами измерений с критической разностью $CD_{0,95}$, вычисленной по формуле

$$CD_{0,95} = \sqrt{R^2 - \frac{r^2}{2}}, \quad (3)$$

где R, r — пределы воспроизводимости и повторяемости соответственно для данного диапазона измерений, при этом

$$R = 2{,}77\ \sigma_R, \quad (4)$$

где σ_R — среднеквадратичное отклонение воспроизводимости для соответствующего диапазона измерений по таблице 1.

Если $CD_{0,95}$ превышена, выясняют причины превышения R и устраняют их.

5.7 Оформление результатов измерений массовой доли влаги

5.7.1 Результат измерений массовой доли влаги для $P = 0{,}95$ представляют в виде:

$$W \pm \Delta,\ \%,$$

где W — результат измерений массовой доли влаги, полученный по 5.6, %;

Δ — границы абсолютной погрешности измерений для соответствующего диапазона по таблице 1, %.

5.7.2 Числовое значение результата измерения должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение погрешности.

5.8 Контроль погрешности результатов измерений

Контроль погрешности результатов измерений, полученных ИК ТГ методом, проводят одним из следующих способов:

- с применением методики сравнения;
- с применением стандартных образцов аналогичного состава.

5.8.1 Контроль с применением методики сравнения

Роль средств контроля выполняют рабочие пробы. В качестве методики сравнения W_C используют арбитражный метод.

Контроль погрешности результатов измерений массовой доли влаги с применением методики сравнения состоит в сравнении результатов контрольных измерений одной и той же пробы, полученных по контролируемому методу — W и по методике сравнения (арбитражной методике) — W_C.

Результат контрольной процедуры $\hat{\delta}$ — оценку погрешности результата измерений массовой доли влаги, %, рассчитывают по формуле

$$\hat{\delta} = |W - W_C|. \quad (5)$$

Результат контрольной процедуры признают удовлетворительным, если

[1)] См. [4].

$$\hat{\delta} \le \sqrt{\Delta^2 + \Delta_C^2}, \quad (6)$$

где Δ — границы абсолютной погрешности для соответствующего диапазона измерений по таблице 1, %;

Δ_C — границы абсолютной погрешности по методике сравнения, %.

При невыполнении условия (6) повторяют измерения с применением другой пробы. При повторном невыполнении условия (6) выясняют причины, приведшие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

Примечание — Наиболее часто причиной превышения погрешности при измерении массовой доли влаги ИК ТГ методом являются неверно выбранные параметры режима измерений влагомером конкретного типа и несоблюдение процедуры подготовки пробы.

5.8.2 Контроль с использованием стандартных образцов

В качестве средств контроля используют стандартные образцы утвержденных типов, аналогичные по составу анализируемому минеральному удобрению.

Контроль погрешности с применением стандартных образцов состоит в сравнении аттестованного значения *C*, %, с результатом измерения ИК ТГ методом *W*, %, установленным настоящим стандартом.

Результат контрольной процедуры $\hat{\delta}$, %, рассчитывают по формуле

$$\hat{\delta} = W - C, \quad (7)$$

и признают удовлетворительным, если

$$\hat{\delta} \le \Delta. \quad (8)$$

При невыполнении условия (8) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (8) выясняют причины, приведшие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

5.8.3 Контроль стабильности

5.8.3.1 Результаты измерений, полученные при контроле погрешности, могут быть применены при реализации контроля стабильности результатов измерений массовой доли влаги.

Контроль стабильности результатов измерений массовой доли влаги в минеральных удобрениях и промпродуктах, полученных при проведении контроля по 5.8.1 или 5.8.2, рекомендуется проводить в соответствии с положениями [2][1)]. Процедуры контроля и их периодичность указывают в руководстве по качеству или в контракте на поставку продукции. Если такая периодичность не указана, то руководствуются рекомендациями [2] по выбору числа контрольных процедур в зависимости от объема анализируемых проб.

5.8.3.2 Параметры контрольных карт Шухарта для контроля стабильности повторяемости

Рассчитывают следующие параметры контрольных карт Шухарта для контроля стабильности повторяемости[1)].

Расхождение между результатами параллельных определений:

$$w = |W_1 - W_2|. \quad (9)$$

Средняя линия

$$d_2 \sigma_r = 1{,}128\ \sigma_r, \quad (10)$$

где σ_r — значение для соответствующего метода и диапазона измерений;

d_2 — коэффициент для расчета средней линии;

d_2 = 1,128 при числе параллельных определений, равном двум.

Пределы действия:

$$UCL = D_2 \sigma_r = 3{,}686\ \sigma_r; \quad (11)$$

LCL — отсутствует.

1) См. также [5].

Пределы предупреждения:

$$UCL = D_2(2)\,\sigma_r = 2{,}834\,\sigma_r;$$
$$LCL \text{ — отсутствует.} \qquad (12)$$

В формулах (11) и (12) коэффициенты D_2 приведены для числа параллельных определений, равного двум.

5.8.3.3 Параметры контрольных карт Шухарта для контроля стабильности погрешности

Для расчета параметров контрольных карт для контроля стабильности погрешности рассчитывают стандартное отклонение погрешности σ по формуле

$$\sigma = \frac{\Delta}{1{,}96}, \qquad (13)$$

где 1,96 — квантиль распределения при $P = 0{,}95$.

Пределы действия *UCL* и *LCL*[1)] рассчитывают по формуле

$$UCL = +\frac{3\sigma}{\sqrt{n}};$$
$$LCL = -\frac{3\sigma}{\sqrt{n}}, \qquad (14)$$

где n — число параллельных определений.

Примечание — Допускается для определения параметров контрольной карты стандартное отклонение погрешности рассчитывать на основании результатов предыдущих периодов. В таком случае стандартное отклонение погрешности при реализации данного метода в конкретной лаборатории должно быть меньше значения, полученного по формуле (13).

5.8.3.4 Заполнение и интерпретация контрольных карт Шухарта

При построении контрольных карт Шухарта по оси ординат откладывают результат контрольной процедуры w — при реализации контроля стабильности повторяемости, $\hat{\delta}$ — при реализации контроля стабильности погрешности; по оси абсцисс откладывают дату проведения анализа. О возможном нарушении стабильности процесса измерений массовой доли влаги свидетельствует появление на контрольной карте хотя бы одного из следующих признаков: одна точка вышла за пределы действия; все точки подряд находятся по одну сторону от средней линии; шесть возрастающих (убывающих) точек подряд. В этом случае необходимо проверить соблюдение условий хранения проб, подготовленных для анализа минеральных удобрений, проведения подготовки проб и выполнения измерений, а также условий эксплуатации ИК ТГ влагомера.

6 Метод ближней инфракрасной спектроскопии

6.1 Диапазоны измерений и характеристики погрешности результатов измерений массовой доли влаги

6.1.1 Метод БИК спектроскопии обеспечивает получение результатов измерений массовой доли влаги в минеральных удобрениях и промпродуктах с относительными погрешностями, значения которых не превышают указанные в таблице 2.

Таблица 2 — Значения показателей точности и повторяемости при реализации метода ИК спектроскопии

В процентах

Диапазон измерений, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратичное отклонение повторяемости) σ_{0r}	Показатель точности (границы, в которых находится относительная погрешность измерения с $P = 0{,}95$) $\pm\,\delta_0$
От 0,01 до 12	4	25

1) См. [5].

6.1.2 По специфике применения влагомеров, реализующих метод ИК спектроскопии, показатели воспроизводимости не устанавливают. Результаты измерений, полученные методом БИК спектроскопии, контролируются арбитражным методом.

6.2 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам и реактивам

6.2.1 Влагомер, реализующий метод БИК спектроскопии, со следующими основными характеристиками:

- диапазон выделенных длин волн не менее 1400 ... 2200 нм в БИК области спектра;
- предел допускаемого относительного среднеквадратичного отклонения выходного сигнала 2 %.

6.2.2 Весы с пределом взвешивания 2 кг II (высокого) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1.

6.2.3 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.2.4 Климатическая камера, обеспечивающая рабочий диапазон устанавливаемых и поддерживаемых воздействующих факторов: температуры от 5 °С до 70 °С и относительной влажности воздуха от 10 % до 90 % с допускаемыми отклонениями не более ±3 °С и не более ±3 % соответственно — в течение длительного времени (100 ч).

6.3 Подготовка к измерениям

6.3.1 Влагомер градуируют и подготавливают к измерениям в соответствии с РЭ. Пример построения ГХ влагомера МСТ-360 производства фирмы «Process Sensors» (США), с применением проб минеральных удобрений и промпродуктов с установленными значениями массовой доли влаги приведен в приложении Б.

6.3.2 Влагомер закрепляют в соответствии с РЭ над лентой конвейера.

Примечания

1 Перед влагомером на расстоянии около 1 м рекомендуется устанавливать выравнивающее устройство для обеспечения постоянного расстояния между измерительным блоком влагомера и анализируемым минеральным удобрением и промпродуктом.

2 Влагомер рекомендуется устанавливать в местах, обеспечивающих максимальную однородность анализируемого минерального удобрения и промпродукта по показателю массовой доли влаги, например, непосредственно после мест пересыпа.

6.4 Выполнение измерений

6.4.1 Измерения влагомером проводят в соответствии с РЭ. Единичные результаты измерений массовой доли влаги считывают с электронного табло влагомера.

6.4.2 При проведении контроля стабильности ГХ влагомера по всему диапазону измеряемых значений массовой доли влаги проверяют условие

$$\frac{\overline{W}_c - \overline{W}_i}{\overline{W}_i} 100 \le 0{,}9\delta, \qquad (15)$$

где $\overline{W}_i$ — результаты измерения влагомером, %;

$\overline{W}_c$ — результат измерения массовой доли влаги, полученный арбитражным методом, %;

δ — доверительные границы погрешности по таблице 2.

Если условие (15) не выполняется, то повторяют градуировку влагомера, по возможности увеличив число точек для градуировки для уменьшения погрешности построения ГХ влагомера.

6.4.3 Оценка результата измерений массовой доли влаги в товарной партии по результатам измерений влагомером может быть проведена по методике опробования партии готовой продукции, утвержденной в установленном порядке.

Примечание — При проведении измерений в лабораторных условиях пробу минерального удобрения и промпродукта помещают в кювету из комплекта влагомера, выравнивают поверхность и считывают результат измерений массовой доли влаги в соответствии с РЭ на влагомер. Проверка приемлемости результатов определений, полученных в условиях повторяемости, проводится по 5.6.2.

Приложение А
(обязательное)

Особенности воздействия инфракрасного излучения на влажные вещества

ИК излучение — область оптического диапазона электромагнитного излучения. Его спектр составляет от 760 нм до, примерно, 1 мм.

Инфракрасные излучатели различаются способами генерирования излучения, диапазоном ИК спектра, материалом, температурой и формой тела накала.

Источники ИК излучения разделяют на светлые и темные ИК излучатели с телом накала в стеклянной и металлической оболочках. К светлым относят ИК излучатели, у которых температура тела накала более 1000 °С, и в испускаемом спектре значительную долю составляет видимое излучение. Это лампы накаливания; ламповые излучатели, например, галогеновые; газоразрядные дуговые лампы; электрические излучатели (зеркальные лампы). У темных ИК излучателей, среди которых наиболее распространены электрические излучатели с керамической или металлической оболочкой, температура тела накала составляет менее 1000 °С, и видимое излучение в спектре — доли процента.

При создании влагомеров, основанных на методе БИК спектроскопии (называемых также ИК фотометрическими влагомерами или БИК спектрометрами), используют в качестве источника изучения лампы накаливания, а для выделения узких длин волн в диапазоне длин от 1400 до 2200 нм — светофильтры. В ближней ИК области от 1400 до 2200 нм, молекулы воды имеют полосу поглощения с максимумом в диапазоне 1950—1960 нм, которая соответствует составным частотам, а также полосу поглощения в области 1430—1450 нм, которая соответствует первым обертонам молекул воды. Для получения большей стабильности выходного сигнала БИК влагомера обычно применяется двухволновая схема измерений, согласно которой сигнал представляет собой отношение интенсивностей, измеренных на аналитической длине волны (одна из полос поглощения молекулами воды) и опорной длине волны (длина волны, лежащая вне полосы поглощения молекулами воды). Применение отношения двух сигналов от потоков опорного и измерительного каналов позволяет снизить влияние нестабильности фотоприемника и источника БИК излучения, физико-химических особенностей анализируемого вещества, а также несколько уменьшить влияние его насыпной плотности.

При создании влагомеров, основанных на ИК ТГ методе, применяют все возможные виды излучателей, поскольку эффективный нагрев анализируемого вещества в результате поглощения им энергии ИК излучения достигается при совпадении максимума спектральной плотности падающего ИК излучения с полосой наибольшего поглощения облучаемого анализируемого вещества. Нагрев вещества под воздействием ИК излучения может приводить не только к удалению влаги, но и к различным физико-химическим превращениям в нем. Поэтому применение ИК ТГ метода измерений массовой доли влаги требует оценки влияния ИК излучения на материал анализируемой пробы. Параметры режима измерений массовой доли влаги в конкретном минеральном удобрении и промпродукте ИК ТГ методом (температуру и время высушивания, массу навески) следует выбирать для ИК ТГ влагомеров конкретного типа.

Рекомендуемые параметры сушки и массы навески при измерениях массовой доли влаги в минеральных удобрениях и промпродуктах на ИК ТГ влагомерах с различными типами нагревателей, приведены в таблице А.1.

Таблица А.1 — Режимы сушки при измерении массовой доли влаги в некоторых минеральных удобрениях с помощью ИК ТГ влагомеров с различными инфракрасными излучателями

Наименование удобрения	Масса навески, г	Критерий остановки сушки	Температура сушки, °С		
			Нагреватель в керамической оболочке	ТЭН	Галогеновый нагреватель
Хлорид калия и промпродукты	5	Автоматический	180	160	170
Сульфат калия и промпродукты	2,5	20 мин	180	160	180
Аммофос	10	15 мин	70	80	90
Азофоска	3	Автоматический	80	—	—
Карбамид	10	Автоматический	60	—	50
Аммиачная селитра	3	Автоматический	80	—	90
Суперфосфат	5	Автоматический	135	100	120
Магнезия	5	30 мин	180	160	200

Окончание таблицы А.1

Примечания

1 Записи в графе «Критерий остановки сушки» режимов:

- автоматический — сушка до постоянной массы, режим, обозначенный в программах сушки влагомеров «AUTO»;

- 15 мин, 20 мин, 30 мин — сушка в течение указанного времени, режим, обозначенный в программах сушки влагомеров «Time».

2 Примеры различных инфракрасных излучателей, применяемых в ИК ТГ влагомерах, выпускаемых фирмами «Sartorius Weighing Technology GmbH» (Германия) и «Mettler Toledo International» (Швейцария):

- нагреватель в керамической оболочке — инфракрасные термогравиметрические влагомеры МА-45, МА-150 производства фирмы «Sartorius Weighing Technology GmbH»;

- нагреватель в металлической оболочке — ТЭН — термогравиметрические анализаторы МА-30, МА-40 производства фирмы «Sartorius Weighing Technology GmbH»;

- галогеновый нагреватель — анализатор влажности HR83, HG63 производства фирмы «Mettler Toledo International».

Приложение Б
(рекомендуемое)

Градуировка влагомера, основанного на методе ближней инфракрасной спектроскопии

Б.1 Подготовка к градуировке

Б.1.1 Влагомер к градуировке в лабораторных условиях подготавливают в соответствии с РЭ.

Б.1.2 При градуировке применяют пробы минерального удобрения и промпродукта со значениями массовой доли влаги, по возможности, равномерно распределенными по всему поддиапазону измеряемой массовой доли влаги. Диапазоны рекомендуемых значений массовой доли влаги проб, предназначенных для градуировки (далее — ПГ) влагомера приведены в таблице Б.1.

Таблица Б.1 — Диапазоны рекомендуемых значений массовой доли влаги проб минеральных удобрений и промпродуктов для градуировки

Поддиапазон массовой доли влаги, %	Шифр пробы	Поддиапазон массовой доли влаги ПГ, %
До 1,0 включ.	ПГ1	Св. 0,05 до 0,25 включ.
	ПГ2	Св. 0,25 до 0,50 включ.
	ПГ3	Св. 0,50 до 1,00 включ.
Св. 1,0 до 6,0 включ.	ПГ1	Св. 1,0 до 3,0 включ.
	ПГ2	Св. 3,0 до 4,5 включ.
	ПГ3	Св. 4,5 до 6,0 включ.
Св. 6,0 до 12,0 включ.	ПГ1	Св. 6,0 до 8,0 включ.
	ПГ2	Св. 8,0 до 10,0 включ.
	ПГ3	Св. 10,0 до 12,0 включ.

Б.1.3 Пробы для градуировки отбирают массой не менее 1 кг и помещают в герметичные контейнеры.

Б.1.4 Недостающие ПГ с заданной массовой долей влаги по таблице Б.1, рекомендуется получать по следующей методике. К исходному материалу минерального удобрения или промпродукта (предпочтительно в поддиапазоне до 0,1 % массовой доли влаги) добавляют дистиллированной воды, массу которой рассчитывают по формуле

$$m_2 = \frac{m_1(W_2 - W_1)}{100 - W_2}, \qquad (Б.1)$$

где m_1 — исходная масса минерального удобрения, г

m_2 — масса дистиллированной воды, г

W_1 — массовая доля влаги в минеральном удобрении и промпродукте, полученная арбитражным методом; %;

W_2 — заданное значение массовой доли влаги в ПГ, %.

Полученные пробы тщательно перемешивают, помещают в герметичные контейнеры и выдерживают в течение суток для кондиционирования.

Примечание — Внесение воды в минеральное удобрение и промпродукт может привести к неоднородности распределения воды по объему подготовленной пробы. В таких случаях при приготовлении ПГ рекомендуется применять климатическую камеру с установленным режимом 30 °С и 70 % относительной влажности воздуха.

Б.2 Проведение градуировки

Б.2.1 Градуировочная характеристика влагомера для одного из поддиапазонов измеряемой массовой доли влаги строится на основе набора пар данных — среднеарифметическое результатов измерений выходного сигнала влагомера на *i*-й пробе и соответствующий результат измерения массовой доли влаги арбитражным методом в следующем порядке.

Б.2.2 В кювету из комплекта влагомера помещают пробу для градуировки ПГ1, выравнивают поверхность пробы и, в соответствии с РЭ, считывают с электронного табло влагомера единичное показание $y_{ПГ1j}$. Операцию выполняют пять раз.

Б.2.3 В качестве усредненного выходного сигнала влагомера $\overline{y}_{ПГi}$ используют среднеарифметическое значение

$$\overline{y}_{ПГi} = \frac{\sum_{j=1}^{5} y_{ПГ1j}}{5}, \quad (Б.2)$$

где $y_{ПГ1j}$ — результат единичного показания выходного сигнала (по Б.2.2).

Б.2.4 Для ПГ2, ПГ3 повторяют действия по Б.2.2—Б.2.3.

Б.2.5 Одновременно с измерениями влагомером определяют массовую долю влаги проб для градуировки ПГ1 — ПГ3 арбитражным методом — $\overline{W}_{ПГi}$, %.

Б.2.6 Исходными данными для построения ГХ влагомера являются результаты измерений ПГ арбитражным методом и значения выходного сигнала влагомера.

ГХ влагомера y представляют в виде

$$y = a + bW. \quad (Б.3)$$

Б.2.7 Параметры ГХ влагомера вычисляют с помощью программного обеспечения влагомера МСТ-360 Process Sensors методом наименьших квадратов по формулам:

$$b = \frac{\sum_{i=1}^{3} \overline{y}_{ПГi}(\overline{W}_{ПГi} - \overline{W})}{\sum_{i=1}^{3} (\overline{W}_{ПГ\,i} - \overline{W})^2}; \quad (Б.4)$$

$$a = \frac{1}{3}\left(\sum_{i=1}^{3} \overline{y}_{ПГi}\right) - b\left(\frac{1}{3}\sum_{i=1}^{3} \overline{W}_{ПГi}\right) = \overline{y} - b\overline{W}, \quad (Б.5)$$

где

$$\overline{y} = \frac{1}{3}\left(\sum_{i=1}^{3} \overline{y}_{ПГi}\right); \quad (Б.6)$$

$$\overline{W} = \frac{1}{3}\left(\sum_{i=1}^{3} \overline{W}_{ПГi}\right). \quad (Б.7)$$

Б.2.8 Вычисленные градуировочные коэффициенты вводят в память влагомера в соответствии с РЭ.

Библиография

[1] РМГ 75—2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Измерения влажности веществ. Термины и определения[1)]

[2] РМГ 76—2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа[2)]

[3] ИСО 5725-1:2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения[3)]

[4] ИСО 5725-6:2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике[4)]

[5] ИСО 8258:91 Статистические методы. Контрольные карты Шухарта[5)]

---

1) Заменены на РМГ 75—2014.

2) Заменены на РМГ 76—2014.

3) В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002.

4) В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

5) Заменен на ИСО 7870-2:2013. В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 7870-2—2015.

УДК 631.82:546.212.06:006.354

МКС 17.020
65.080

Ключевые слова: удобрения минеральные, массовая доля влаги, термогравиметрический метод, инфракрасная спектроскопия, влагомер

Редактор *Е.А. Моисеева*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 27.02.2019. Подписано в печать 05.03.2019. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,

117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru