ГОСТ 20851.4—75

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УДОБРЕНИЯ МИНЕРАЛЬНЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВОДЫ

Издание официальное

БЗ 6—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 631.82:546.212.06:006.354 Группа Л19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УДОБРЕНИЯ МИНЕРАЛЬНЫЕ

Методы определения воды

ГОСТ 20851.4—75*

Mineral fertilizers.
Methods for determination of water

ОКСТУ 2180

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 22 мая 1975 г. № 1373 дата введения установлена

01.01.76

Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

Настоящий стандарт распространяется на минеральные удобрения, содержащие от 0,1 % до 12 % воды, и устанавливает следующие методы определения воды:

метод определения гигроскопической и общей воды высушиванием в сушильном шкафу;

метод определения гигроскопической и общей воды высушиванием при помощи прибора с зеркальной инфракрасной лампой;

объемный метод определения общей и гигроскопической воды реактивом Фишера или йод-ацетатным раствором;

динамический хроматографический метод определения гигроскопической воды;

диэлькометрический метод определения гигроскопической воды.

1. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГИГРОСКОПИЧЕСКОЙ И ОБЩЕЙ ВОДЫ ВЫСУШИВАНИЕМ В СУШИЛЬНОМ ШКАФУ

1.1. *Средства измерений, оборудование и посуда*

Шкаф сушильный с погрешностью регулирования температуры до ± 2,5 °С.

Эксикатор по ГОСТ 25336—82, заполненный хлористым кальцием по НД, предварительно прокаленным при температуре 250—300 °С в течение 1—2 ч, или активной окисью алюминия по ГОСТ 8136—85 , или силикагелем по ГОСТ 3956—76.

Бюкса СН диаметром 32—68 мм и высотой 50 мм и СВ диаметром 30—40 мм и высотой 50—65 мм по ГОСТ 25336—82 или кювета алюминиевая диаметром 32—60 мм и высотой 5—40 мм.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности или аналогичного типа с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г.

Набор гирь по ГОСТ 7328—82.

1.2. *Проведение анализа*

2—5 г удобрения помещают в бюксу или кювету, предварительно высушенные до постоянной массы, и взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

Бюксу или кювету с удобрением помещают в термостат и сушат с открытой крышкой в течение 3 ч, аммиачную селитру сушат 2 ч. Затем бюксу или кювету закрывают и охлаждают в эксикаторе, выдерживая перед взвешиванием не менее 30 мин.

Температура, поддерживаемая в термостате при сушке различных удобрений, приведена в табл. 1.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

** Издание (май 2000 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в феврале 1980 г., июне 1986 г., июне 1988 г. (ИУС 3—80, 10—86, 9—88)*

© Издательство стандартов, 1975
© ИПК Издательство стандартов, 2000

Таблица 1

Наименование удобрения	Температура сушки, °С
Диаммонийфосфат, диаммонитрофоска	60—65
Карбамид (мочевина), сульфат аммония, аммофос, нитрофоска, нитроаммофоска, нитроаммофос	65—70
Сложносмешанные удобрения, суперфосфат, простой аммонизированный и двойной суперфосфат	75—80
Аммиачная селитра, хлористый калий, сернокислый калий, простой суперфосфат, 40 %-ная калийная смешанная соль, преципитат удобрительный, фосфоритная мука	100—105
Калимагнезия, калийно-магниевый концентрат, калий сернокислый	200—250*

* Определяется общая вода.

Примечание. Условия определения воды уточняются в стандартах на конкретные продукты, не включенные в табл. 1.

1.3. *Обработка результатов*

Массовую долю воды (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m_2},$$

где m — масса бюксы (кюветы) с пробой до высушивания, г;

m_1 — масса бюксы (кюветы) с пробой после высушивания, г;

m_2 — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух (для карбамида — трех) параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать:

0,05 % — при массовой доле воды до 0,5 %;

0,2 % — при массовой доле воды свыше 0,5 % до 2 %;

0,4 % — при массовой доле воды свыше 2 % до 6 %;

0,8 % — при массовой доле воды свыше 6 % до 12 %.

1.1—1.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГИГРОСКОПИЧЕСКОЙ И ОБЩЕЙ ВОДЫ ВЫСУШИВАНИЕМ ПРИ ПОМОЩИ ПРИБОРА С ЗЕРКАЛЬНОЙ ИНФРАКРАСНОЙ ЛАМПОЙ

2.1. *Средства измерений, оборудование и посуда*

Лампа термоизлучательная инфракрасная ИКЗ-220—500 по НД, закрепленная на штативе или вмонтированная в кожух из жести; приборы ИЛ-3М, 062 М или аналогичные приборы с использованием инфракрасной лампы.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности или аналогичного типа с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г.

Набор гирь по ГОСТ 7328—82.

Мешалка магнитная ММ-2.

Преобразователь термоэлектрический хромель-копелевый типа ТХК-0379—01 или аналогичного типа.

Термометр лабораторный с ценой деления не более 1 °С.

2.2. *Проведение анализа*

2—5 г удобрения помещают в бюксу или кювету, предварительно высушенную до постоянной массы, закрывают крышкой или стеклом и взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Открытую бюксу или кювету с навеской удобрения ставят под лампу на стол, покрытый асбестом, и высушивают в течение 30 мин (сложные удобрения и аммонизированный суперфосфат — 20 мин) при условиях, указанных в табл. 2. Температуру сушки определяют ртутным термометром, который помещают на стол под центр лампы.

Таблица 2

Наименование удобрения	Температура сушки, °С
Карбамид (мочевина)	65—70
Суперфосфаты и сложные удобрения	75—80
Однокомпонентные калийные удобрения	200—350*

* Определяется общая вода.

Бюксу (кювету) покрывают крышкой (стеклом), выдерживают в эксикаторе не менее 30 мин и взвешивают.

При определении воды в однокомпонентных калийных удобрениях подготовленную к анализу навеску ставят сушить под лампу, предварительно прогретую в течение 30 мин. В течение 5 мин пробу сушат при температуре 220—250 °С, затем расстояние от лампы до бюксы (кюветы) уменьшают до 50 мм (температура 350 °С) и сушат пробу еще 10 мин. Температуру сушки контролируют перед каждой серией определений с помощью термопары хромелькопель, конец которой помещают на высушиваемый продукт под центр лампы.

По окончании сушки бюксу (кювету) покрывают крышкой (стеклом) и ставят на 5 мин для охлаждения на магнитную мешалку, подключая только кольцеобразный канал для охлаждения проточной водопроводной водой или любую другую охлаждающую поверхность (допускается охлаждение пробы в эксикаторе). Охлажденную бюксу (кювету) с навеской взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

2.3. *Обработка результатов*

Массовую долю воды (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m_2},$$

где m — масса бюксы (кюветы) с навеской до высушивания, г;

m_1 — масса бюксы (кюветы) с навеской после высушивания, г;

m_2 — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух (для карбамида — трех) параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности P = 0,95 не должны превышать:

0,1 % — при массовой доле воды до 1 %;

0,3 % — при массовой доле воды свыше 1 % до 4 %;

0,5 % — при массовой доле воды свыше 4 % до 12 %.

2.1—2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

Разд. 3. **(Исключен, Изм. № 2).**

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВОДЫ ПО МЕТОДУ КАРЛА ФИШЕРА

4.1. Определение воды по методу Карла Фишера проводится по ГОСТ 14870—77.
(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2—4.4.3. **(Исключены, Изм. № 2).**

5. ДИНАМИЧЕСКИЙ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГИГРОСКОПИЧЕСКОЙ ВОДЫ

5.1. *Сущность метода*

Сущность метода заключается в выдувании воды из образца потоком газа-носителя и измерении дифференциальным способом содержания воды в потоке газа с помощью детектора теплопроводности.

5.2. *Средства измерений, оборудование и посуда*

Хроматограф с детектором теплопроводности по ГОСТ 26703—93 типа ЛХМ-8 Мд, модель 1 или другие хроматографы с детектором теплопроводности.

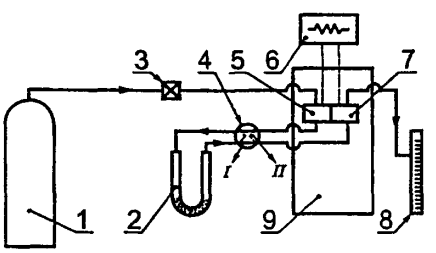
Трубка *U*-образная (черт. 3).

Кран стеклянный четырехходовой (черт. 4).

Термометр лабораторный типа ТЛ-2 с диапазоном измерения от 0 до 150 °С или другой аналогичный с ценой деления 1 °С.

Электроплитка с переменной мощностью или лабораторный терморегулятор.

Схема установки

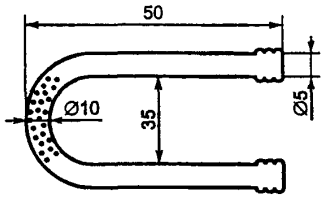


1 — баллон с газом-носителем; *2* — *U*-образная трубка; *3* — вентиль тонкой регулировки; *4* — четырехходовой кран; *5* — сравнительная ячейка детектора; *6* — самописец; *7* — измерительная ячейка детектора; *8* — измеритель скорости газа-носителя; *9* — термостат

Черт. 2*

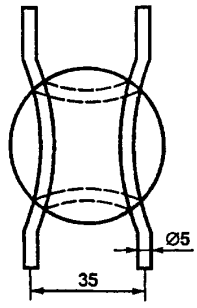
* Черт. 1. **(Исключен, Изм. № 2).**

U-образная трубка



Черт. 3

Четырехходовой кран



Черт. 4

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности или аналогичного типа с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г.

Набор гирь по ГОСТ 7328—82.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

5.3. *Градуировка прибора*

Включение хроматографа на схеме установки (см. черт. 2) осуществляется в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору (хроматографические колонки из схемы исключаются и заменяются металлическим капилляром из комплекта прибора).

В сухую *U*-образную трубку помещают 0,001—0,01 $см^3$ дистиллированной воды, которую вводят с помощью жидкостного микрошприца, прилагаемого к хроматографу. Трубки подсоединяют резиновым шлангом встык на четырехходовом кране в схему хроматографа, между сравнительной и измерительной ячейками детектора. Кран (см. черт. 4) находится в положении I. При повороте крана в положение II подключают поток газа-носителя и выдувают имеющийся в трубке воздух, при этом перо самописца отходит вправо. По возвращении пера влево кран переводят в положение I, помещают трубку в стакан с водой, предварительно нагретой до 60—85 °С (в зависимости от вида удобрения); опять открывают кран в положение II. Определение считают законченным по возвращении пера самописца на нулевую линию.

Участок диаграммной ленты, очерченный нулевой линией и кинетической кривой, вырезают и взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака) или определяют площадь под кривой с помощью интегратора.

Градуировку прибора следует проводить не реже одного раза в 5 сут.

5.4. *Проведение анализа*

0,3—1 г удобрения взвешивают в сухой *U*-образной трубке (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

Последующие операции выдувания воды из образца проводят так же, как при градуировке прибора.

5.5. *Обработка результатов*

Массовую долю воды в удобрениях (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{100 \cdot m_1 \cdot m_2}{m_3 \cdot m_4},$$

где m_1 — масса вырезанной диаграммной ленты по кривой анализируемого образца (или показания интегратора), г;

m_2 — масса воды, введенная в трубку при калибровке, г;

m_3 — масса вырезанной диаграммной ленты по кривой, полученная при калибровке прибора, г (или показания интегратора при калибровке);

m_4 — масса навески удобрения, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,06 % для удобрений с влажностью до 1 % и 0,3 % для удобрений с влажностью до 4 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

5.2—5.5. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

6. ДИЭЛЬКОМЕТРИЧЕСКИЙ И СВЧ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГИГРОСКОПИЧЕСКОЙ ВОДЫ

6.1. *Сущность методов*

Методы основаны на измерении электрической емкости датчика, пропорциональной изменению диэлектрической постоянной, или измерении зависимости диэлектрических потерь исследуемого вещества от содержания воды.

6.2. *Средства измерений, оборудование и посуда*

Лабораторный влагомер «Фосфор», предназначенный для определения воды в нитроаммофоске и аммофосе.

Влагомеры «Калий» и «Фосфор-К» для определения воды в хлористом калие.

Эксикатор по ГОСТ 25336—82, заполненный осушителем.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 плотностью 1,84 г/см^3.

6.3. *Градуировка прибора*

Для градуировки влагомера «Калий» готовят серию образцов анализируемого удобрения с различной влажностью. Для этого образцы удобрения выдерживают в эксикаторах над водными растворами серной кислоты с разной концентрацией.

Для приготовления растворов серной кислоты в колбы, содержащие по 100 см^3 воды каждая, приливают 10, 20, 30, 40, 60, 80 см^3 серной кислоты плотностью 1,84 г/см^3.

Часть массы каждого образца используют для определения воды методом высушивания по разд. 1, другую часть — для определения показаний прибора в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

По полученным данным градуируется шкала прибора.

Измерение на влагомерах «Фосфор» и «Фосфор-К» проводят без предварительной градуировки прибора согласно инструкциям по эксплуатации.

6.4. *Проведение анализа*

Пробу удобрения насыпают в кювету, которую помещают в ячейку первичного преобразователя, включают уплотняющее устройство.

Затем включают прибор и по шкале или цифровому табло определяют массовую долю воды в анализируемом продукте.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,5 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

6.1—6.4. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07 2000. Сдано в набор 19.06.2000. Подписано в печать 25.07.2000. Усл. печ. л. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,60. Тираж 140 экз. С 5583. Зак. 666.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru