

РАЗЪЯСНЕНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ КАЧЕСТВЕННЫХ ПОКАЗАТЕЛЕЙ КОНЦЕНТРАТА МИНЕРАЛЬНОГО «ГАЛИТ»

v01.2024

УРАЛХИМ
УРАЛКАЛИЙ

www.uralkali.com

УРАЛХИМ
УРАЛКАЛИЙ

www.uralkali.com

Настоящие разъяснения разработаны на основе нормативных документов с учетом накопленного опыта, анализа лучших известных практик и направлены на обеспечение единства, точности и объективности проведения измерений. Рекомендуем следовать в работе всем применимым положениям этого документа.

СОДЕРЖАНИЕ

1. Отбор проб ---------- 2

2. Подготовка проб ---------- 3

3. Анализ проб: определение грансостава ---------- 4

4. Анализ проб: определение нерастворимого остатка --------- 5

5. Анализ проб: определение слеживаемости ---------- 5

Приложение. Физико-химические показатели концентрата минерального «Галит» ---------- 6

Будем благодарны за все Ваши комментарии и предложения, направленные на почту **quality@uralkali.com**



Практика работы с обращениями покупателей, связанных с качеством галита разных марок, а также опыт проведения совместных приемок показывает, что при приемках регулярно фиксируются нарушения, связанные с отбором, подготовкой проб и проведением испытаний, что приводит к искажению или некорректности результата. В итоге, несоответствия, зафиксированные покупателями при проведении входного контроля, не подтверждаются. Настоящие разъяснения разработаны с целью избежать подобных ситуаций. Настоятельно рекомендуем использовать изложенные рекомендации при проведении входного контроля, а также в случае возникновения проблем с качеством продукции.
Также рекомендуем следовать нормативным документам, ссылки на которых приведены в данных разъяснениях, и пользоваться услугами аккредитованных лабораторий, в область аккредитации которых входит определение соответствующих показателей в соответствующих диапазонах измерений для галита.

За дополнительными комментариями просим обращаться по электронной почте quality@uralkali.com.

Наиболее распространенные спорные случаи касаются:

1.
Несоответствия гранулометрического состава галита требованиям ОДН 218.2.027-2003 «Требования к противогололедным материалам» (письмо ФДА от 08.09.2006 «О временных требованиях к противогололедным материалам») по наличию фракции более 10 мм.

2.
Высокого содержания нерастворимого остатка.

3.
Несоответствия галита требованиям ГОСТ 33389-2015 «Дороги автомобильные общего пользования. Противогололедные материалы. Методы испытаний по показателю слеживаемость».

Требования к проведению отбора проб, пробоподготовки и анализа, а также возможные причины отклонений рассмотрены ниже.

1

ОТБОР ПРОБ

Отбор проб галита, отгруженного насыпью

Отбор проводят по ГОСТ 21560.0 (п. 1.1-1.5) «Удобрения минеральные. Методы отбора и подготовки проб» (с Изменениями N 1, 2, 3). При этом:

1. Минимальная масса точечных проб — 200 г.
2. Количество точечных проб определяют по таблице:

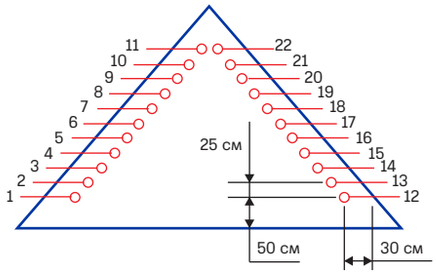
Количество единиц продукта (N)	Количество точечных проб
До 50 включительно	5
От 50 до 90 включительно	7
От 90 до 150 включительно	10
От 150 до 280 включительно	15
От 280 до 400 включительно	20
От 400 до 500 включительно	25
От 500 до 1200 включительно	35
От 1200 до 3200 включительно	50
От 3200 до 10000 включительно	75
От 10000	100

где $N = \frac{\text{(масса продукта в килограммах)}}{50}$ или количество любых упаковочных единиц

3. От продукта, хранящегося в виде насыпи, пробы отбирают ручным закрывающимся пробоотборником с глубины не менее 30 см от поверхности по всей высоте насыпи.

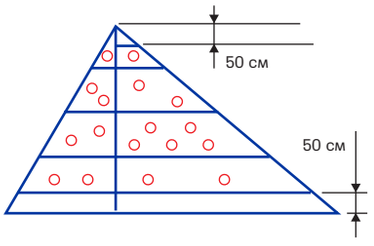
В зависимости от формы насыпи отбор проводят в соответствии с таблицей:

Правильный конус



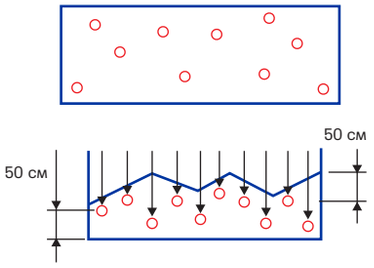
Расстояние между точками отбора по образующей конуса 20-25 см, при этом исключают из отбора по 50 см от вершины и основания конуса.

Неправильный конус



Допускается отбор точечных проб из бокового поперечного разреза

Неконусообразная насыпь



Допускается отбор точечных проб из бокового поперечного разреза

Отбор проб галита, отгруженного в МКР

Точечные пробы из контейнера отбирают щелевидным пробоотборником или аналогичным средством, обеспечивающим сохранность гранулометрического состава при отборе. Пробы отбирают через горловину для загрузки контейнера из пяти точек по направлениям четырех диагоналей к углам контейнера и по его центру сверху вниз. Контейнер должен быть расположен вертикально при отборе, укладывание на бок не допускается.

Допускается из контейнеров одноразового использования с заваренной или заклеенной горловиной отбирать пробы в конечном пункте их грузопереработки после вскрытия горловин.

Схема пробоотборника

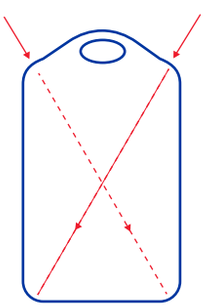


Положение пробоотборника при введении в мешок



Положение пробоотборника в мешке





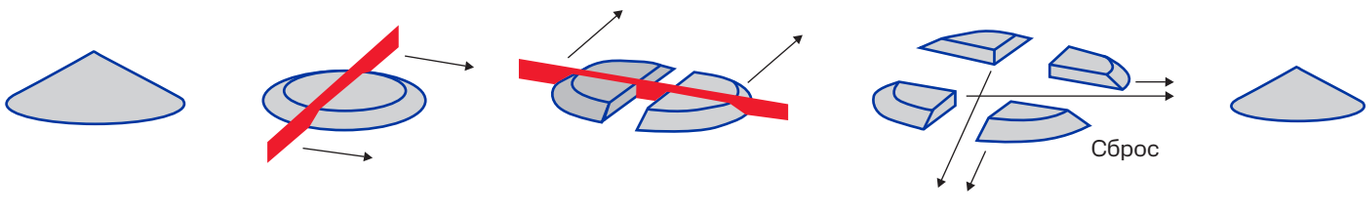
Условия отбора и подготовки пробы должны исключать её загрязнение и попадание атмосферных осадков.

2

ПОДГОТОВКА ПРОБ

1. Объединённую пробу, составленную из точечных, помещают на ровную гладкую поверхность (разделочный стол или полиэтиленовую пленку), ссыпая ее в кучу, и трижды перемешивают с помощью совка методом «кольца и конуса». Этот метод заключается в поочередном разбрасывании пробы из конуса в кольцо и последующем сборе из кольца в конус (при формировании конуса материал высыпают на его вершину, при разбрасывании и сборе пробы порции берут из противоположных частей конуса или кольца). Допускается использование специальных смесителей.

2. Сокращение объединенной пробы до средней пробы требуемой массы производится методом квартования. Для этого перемешанную объединенную пробу насыпают на чистую гладкую поверхность конусом, уплотняют, нажимая пластиной, до 1/4 высоты. Затем двумя взаимно перпендикулярными сечениями делят на четыре равные части. Из двух противолежащих частей составляют сокращенную пробу. За один раз допустимо сокращать пробу вдвое, при необходимости получения пробы меньшей массы операция сокращения повторяется необходимое количество раз, при этом операция перемешивания повторяется перед каждым сокращением.



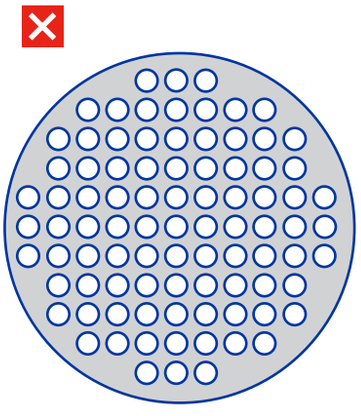
Оставшуюся часть пробы хранят в качестве арбитражной (при необходимости) или утилизируют.

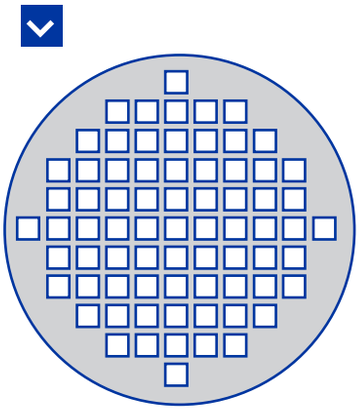
3 АНАЛИЗ ПРОБ: ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГРАНСОСТАВА

Проба для определения грансостава высушивается либо до постоянной массы, либо не менее одного часа при температуре (100±5) °С в сушильном шкафу с периодическим перемешиванием для предотвращения спекания и затем охлаждается в эксикаторе до комнатной температуры. Масса пробы для определения грансостава должна быть не менее 500 г.

При определении грансостава галита работники дорожных предприятий руководствуются ОДМ «Методика испытания противогололедных материалов». В документе указано, что при определении грансостава следует использовать «набор сит для песка с навесками по ГОСТ 6613». ГОСТ 6613 описывает использование сит с квадратными ячейками размером до 2,5 мм включительно. Поскольку в лабораториях не всегда есть квадратные сита с размером 10 мм, многие дорожные предприятия для определения доли фракции +10 мм используют сита с круглыми ячейками, что может приводить к завышенному результату, поскольку максимальный линейный размер круглой ячейки (ее диаметр) в 1,41 раза меньше максимального линейного размера квадратной ячейки (ее диагонали).

Таким образом, для обеспечения корректности определения грансостава мы не рекомендуем использовать сита с круглыми ячейками.





4 АНАЛИЗ ПРОБ: ОПРЕДЕЛЕНИЕ НЕРАСТВОРИМОГО ОСТАТКА

При определении содержания нерастворимого остатка следует использовать методику анализа, закреплённую в ГОСТ Р 54345-2011 «Соль поваренная пищевая. Определение массовой доли нерастворимого в воде остатка гравиметрическим методом», которая положена в основу методики, используемой в ПАО «Уралкалий» и позволяет воспроизводимо получить верный результат с высокой точностью. Дорожные предприятия часто руководствуются ОДМ «Методика испытания противогололедных материалов», в которой способ определения нерастворимого остатка не позволяет воспроизводимо и точно проводить анализ и обычно приводит к завышению его результата. Масса пробы для определения химического состава должна быть не менее 250 г.

Основные отличия методик и ошибки, следствием которых является завышение результата определения нерастворимого остатка:

1) Неверно подготовлена аналитическая проба (например, не истерта до полного прохождения через сито 0,25 мм).

2) Несоблюдение требований, предъявляемых к типу (плотности) используемых фильтров (фильтровальной бумаги). В соответствии с вышеуказанным ГОСТ Р 54345-2011, должны использоваться «фильтры бумажные обеззоленные “синяя лента”, “белая лента”».

3) Не проведено кипячение и промывание осадка на фильтре горячей водой до отрицательной реакции на ион хлора (свидетельствующей о полном удалении следов галита) при добавлении азотнокислого серебра в промывные воды в соответствии с требованиями ГОСТ Р 54345-2011 «Соль поваренная пищевая. Определение массовой доли нерастворимого в воде остатка гравиметрическим методом».

4) Фильтр с осадком не доведен высушиванием до постоянной массы (свидетельствующей о полном удалении влаги).

5) Использование весов низкого класса точности при взвешивании фильтра с нерастворимым остатком.

6) Нарушение процедур пробоотбора и пробоподготовки.

5 АНАЛИЗ ПРОБ: ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЛЕЖИВАЕМОСТИ

Согласно ТУ производителя, галит марки Б слеживается, а при низких температурах смерзается. Дорожные предприятия для оценки слеживаемости руководствуются ГОСТ 33389-2015 «Дороги автомобильные общего пользования. Противогололедные материалы. Методы испытаний», п. 4.7. Сущность метода заключается в определении условного сопротивления образца противогололедного материала погружению зонда с коническим наконечником под действием последовательно возрастающего количества ударов груза постоянной массы, свободно падающего с заданной высоты. Число ударов груза по зонду характеризует слеживаемость.

В ГОСТ 33389-2015 не указано, нужно ли вынимать образец из формы перед определением слеживаемости. Согласно экспертному мнению лаборатории ИЦ "Астраханьдорстройцентр" ЗАО "ЦИВССМ" (техническая компетентность подтверждена аттестатом аккредитации рег. № SRDS ИЦ 2019.12.24), которая проводит сертификационные испытания концентрата минерального «Галит» производства ПАО «Уралкалий» на соответствие требованиям ГОСТ 33389-2015, выполнять измерение без извлечения образца из формы не корректно, т.к. форма препятствует разрушению связей между кристаллами, для разрыва которых требуется увеличение объема образца. В итоге определение измерение в форме приводит к необоснованному завышению результата.

Обращаем внимание на то, что все результаты аналитических испытаний должны быть получены в условиях повторяемости с проверкой соблюдения условий приемлемости!

ПРИЛОЖЕНИЕ

Физико-химические показатели концентрата минерального «Галит», производимого в ПАО «Уралкалий» в соответствии с ТУ 2111-044-00203944-2011.

Марка галита	**А**	**М**	**Б**
	Гарантированные параметры		
NaCl, %, не менее	97	95	93
H_2O, %, не более	0,7	не норм.	не норм.
	Контролируемые параметры (типичные значения)		
$CaSO_4$, %, не более	2,0	2,0	3,3
$MgCl_2$, %, не более	0,4	0,2	0,3
KCl, %, не более	0,8	2,2	2,7
Нерастворимый остаток, %, не более	1,0	1,2	2,0
	Гранулометрический состав (типичные значения)		
+4,5 мм, %, не более	10	—	15
-4,5 мм, %, не менее	—	—	85
+2,5 мм, %, не более	—	5	—
-2,5 мм, %, не менее	85	—	—
-1,0 мм, %, не менее	—	75	—