

РІДКІ КОМПЛЕКСНІ ДОБРИВА:



РЕКОМЕНДАЦІЇ
З ВИЗНАЧЕННЯ
ОСНОВНИХ
ФІЗИКО-ХІМІЧНИХ
ПОКАЗНИКІВ

N

АЗОТ

P

ФОСФОР

K

КАЛІЙ

МІНІСТЕРСТВО РОЗВИТКУ ЕКОНОМІКИ, ТОРГІВЛІ
ТА СІЛЬСЬКОГО ГОСПОДАРСТВА УКРАЇНИ

Державна установа
«ІНСТИТУТ ОХОРОНИ ҐРУНТІВ УКРАЇНИ»



Рідкі комплексні
ДОБРИВА:
РЕКОМЕНДАЦІЇ
**з визначення основних
фізико-хімічних
показників**

(ТУ У 20.1-37040866-001:2019)

Київ
АГРАРНА НАУКА
2020

УДК 631.893:543.21
Р79

*Рекомендовано до друку
науково-технічною радою Державної установи
«Інститут охорони ґрунтів України»
3 липня 2020 р. (протокол № 2)*

Рецензенти:

Н. В. Палана –

доктор сільськогосподарських наук,
зав. сектору розвитку сільських територій,
Інститут агроекології та природокористування НААН;

Е. Г. Дегодюк –

доктор сільськогосподарських наук,
головний науковий співробітник відділу агрохімії,
ННЦ «Інститут землеробства НААН»

Рідкі комплексні добрива: рекомендації з визначення основних фізико-хімічних показників (ТУ У 20.1-37040866-001:2019) /
Р79 І. П. Яцук, С. А. Романова, А. С. Науменко, О. В. Дмитренко,
М. О. Троїцький, Я. Ф. Жукова, Н. М. Литвиненко, Л. П. Молдаван,
С. П. Ковальова, І. М. Рубан. Київ: Аграрна наука, 2020. 48 с.

ISBN 978-966-540-499-6

Рідкі комплексні добрива являють собою базовий розчин, який використовують для поповнення у ґрунті запасів азоту, фосфору та калію. Потреба у вимірюванні основних фізико-хімічних показників рідких комплексних добрив зумовлена низкою чинників, серед яких провідними є збільшення кількості виробників та видів рідких добрив, їх якісного складу. Крім того, вміст основних поживних елементів ґрунту є вкрай динамічним і залежить від кліматичних, сезонних факторів, типу ґрунту і сільськогосподарських культур, що вирощуються, їх видового складу та періоду вегетації. Тому обґрунтований підхід до використання добрив з урахуванням максимальної кількості чинників впливу є запорукою ведення успішного агробізнесу.

Рекомендації призначено для визначення основних фізико-хімічних показників рідких комплексних добрив (РКД), що містять два – три основні поживні компоненти – азот, фосфор та калій у різних співвідношеннях із збалансованим вмістом орто- і поліфосфатів. У роботі детально викладено підготовку проб та проведення випробувань.

Видання розраховано на широке коло науковців, фахівців виробничих і вимірювальних хімічних лабораторій, аспірантів та студентів.

УДК 631.893:543.21

ISBN 978-966-540-499-6

© Державна установа «Інститут охорони ґрунтів України», 2020
© Державне видавництво «Аграрна наука» НААН, 2020

Авторський колектив
Державна установа «Інститут охорони ґрунтів України»

- І. П. Яцук** – доктор сільськогосподарських наук,
Генеральний директор ДУ «Держґрунтохорона»;
- С. А. Романова** – кандидат сільськогосподарських наук,
Перший заступник Генерального директора
ДУ «Держґрунтохорона»;
- А. С. Науменко** – зав. відділу досліджень екологічної безпеки земель,
продукції та довкілля;
- О. В. Дмитренко** – кандидат сільськогосподарських наук,
зав. лабораторії екологічної безпеки земель,
якості продукції та довкілля;
- М. О. Троїцький** – зав. лабораторії екологічної безпеки земель,
якості продукції та довкілля Миколаївської філії;
- Я. Ф. Жукова** – кандидат біологічних наук,
зав. відділу науково-методичного
та науково-технічного забезпечення;
- Н. М. Литвиненко** – провідний фахівець відділу науково-методичного
та науково-технічного забезпечення;
- Л. П. Молдаван** – заступниця зав. лабораторії екологічної безпеки
земель, якості продукції та довкілля;
- С. П. Ковальова** – кандидат сільськогосподарських наук,
зав. лабораторії екологічної безпеки земель, продукції
та довкілля Житомирської філії;
- І. М. Рубан** – головний фахівець лабораторії екологічної безпеки
земель, продукції та довкілля Житомирської філії

ЗМІСТ

ВСТУП	5
Загальні положення	7
Визначення масової частки азоту, що міститься в амонійній формі	10
Визначення масової частки загальних фосфатів диференційним фотометричним методом	14
Визначення масової частки загального калію. Полум'яно-фотометричний метод	22
Визначення показника активності водневих іонів, (рН)	26
Визначення густини рідкого комплексного добрива з використанням ареометрів	29
Визначення масової частки сухого залишку. Гравіметричний метод	31
Протокол випробувань	33
ДОДАТКИ.....	34
<i>Додаток А</i> (довідковий). Екстракція водорозчинних фосфатів з РКД	34
<i>Додаток Б</i> (довідковий). Екстракція засвоюваних фосфатів лимонною кислотою	35
<i>Додаток В</i> (довідковий). Екстракція засвоюваних фосфатів розчином трилону <i>Б</i>	37
<i>Додаток Г</i> (довідковий). Межі вмісту водорозчинних фосфатів та засвоюваних фосфатів у рідких комплексних добривах	38
<i>Додаток Д</i> (довідковий). Визначення коефіцієнта поправки <i>К</i> для молярної концентрації розчину тіосульфату натрію	39
<i>Додаток Е</i> (довідковий). Схема проведення випробувань водорозчинних (засвоюваних) фосфатів та їх розрахунку	40
<i>Додаток Ж</i> (довідковий). Результати міжлабораторних випробувань	40
СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ	45

ВСТУП

*Р*ідкі добрива являють собою водні розчини або суспензії мінеральних і окремих органічних поживних компонентів. Серед них найпоширенішими є рідкі комплексні добрива (РКД), що містять два або три основні поживні елементи (N, P, K). Також до їх складу можуть входити макро- (Ca, Mg, S) і мікроелементи (Fe, Mn, B, Cu, Zn, Mo, Co).

За прогнозами експертів, розмір світового ринку рідких добрив, який у 2019 р. становив 2,5 млрд дол. США, досягне у 2025 р. 3,1 млрд дол. США за сукупного середньорічного темпу росту CAGR 3,7.

Така тенденція пояснюється високою ефективністю такого типу добрив, простотою їх використання при поширенні високотехнологічного сучасного землеробства і захищеного сільського господарства.

Домінуючим регіоном споживання рідких комплексних добрив є Азіатсько-Тихоокеанський регіон – близько 38,4 % світового ринку рідких добрив, з яких майже половина припадає на Китай та Індію. На другому місці споживання США, потім Європа і Південна Америка. У найближчі шість років найбільший попит на рідкі комплексні добрива очікують у Китаї, Індії, Японії і Бразилії.

В Україні упродовж останніх років також відбувається активізація інтересу аграріїв до застосування рідких комплексних добрив, причому як серед власників дрібних фермерських господарств, так і у великих агрохолдингів.

Основними перевагами рідких комплексних добрив є:

- повна доступність для рослин;
- нейтральна кислотність – рН 5–7,7 (дає змогу використовувати на всіх типах ґрунтів);

- відсутність домішок і баласту; за необхідності до їх складу можуть вводитися інші компоненти (мікроелементи, регулятори росту, пестициди);
- повністю механізований спосіб транспортування і внесення у ґрунт;
- рівномірний розподіл по поверхні;
- скорочення втрат при транспортуванні, зберіганні і внесенні (для РКД цей показник не перевищує 1 %, тоді як для гранульованих може становити 10–15 %);
- висока економічна ефективність: дає можливість знизити витрати на придбання мінеральних добрив для проведення польових робіт на 20 %, а також вартість самих робіт – на 15–20 %.

ЗАГАЛЬНІ ПОЛОЖЕННЯ

Комплексні добрива – це добрива, у складі яких міститься не менше двох компонентів живлення.

Рідкі комплексні добрива являють собою базовий розчин, який використовують як основу для отримання подвійних та потрійних рідких добрив з різним співвідношенням поживних речовин, призначених для поповнення у ґрунті запасу азоту, фосфору, калію.

Виробництво рідких комплексних добрив може відбуватися методами гарячого та холодного змішування. За гарячого змішування отримують базові розчини орто- і поліфосфатів амонію способом нейтралізації аміаком фосфорної та поліфосфорної кислот. Методом холодного змішування виготовляють добрива із заданим співвідношенням поживних речовин, в які можуть додавати у базові розчини карбамід, нітрат амонію, солі калію тощо.

Останніми роками збільшується обсяг суспендованих рідких комплексних добрив, в які дисперговано домішки нерозчинних у воді поживних компонентів та стабілізаторів, а також інших сполук, зокрема гербіцидів або пестицидів.

Розчини рідких комплексних добрив, отримані способом хімічного синтезу, у свою чергу поділяють на орто- і поліфосфатні, які відрізняються за своїми властивостями як від твердих добрив, так і між собою. Варто відзначити, що сучасні технології такого способу отримання рідких комплексних добрив передбачають використання хімічно чистих базових речовин, а виробництво відбувається і контролюється в автоматичному режимі (*табл. 1*).

Основною перевагою рідких комплексних добрив порівняно з твердими добривами є їх технологічність, яка дає змогу оптимізувати процеси логістики і внесення добрив. У свою чергу це зумовлює зменшення витрат на внесення добрив на 30 % і водночас збільшує швидкість їх внесення у 2–3 рази.

Таблиця 1. Технологічні властивості комплексних добрив

Тверді фосфатні добрива (NP, NPK, NPS та інші)	Поліфосфатні РКД (APP 10:34; 7:23 та інші)	Ортофосфатні РКД (NP 8:24; 16:16 та інші)
Мають пролонговану дію завдяки поступовому розчиненню гранул, тому можуть вноситись у великих обсягах	Завдяки вмісту ортофосфатів, безпосередньо доступних рослинам, забезпечують потужний старт	Завдяки вмісту ортофосфатів, безпосередньо доступних рослинам, забезпечують потужний старт
Швидкість і рівномірність розчинення залежать від багатьох чинників, тому не можуть бути передбачуваними. Через це більша частина діючих речовин переходить у недоступну рослинам форму	Мають пролонговану дію завдяки вмісту поліфосфатної форми. Але на відміну від твердих добрив, перетворення фосфатів у доступну форму є контрольованим. Має низький коефіцієнт переходу в недоступну рослинам форму через поступове перетворення поліфосфатів у піро- і ортофосфати	Потребують розрахунку потрібної норми внесення для різного типу ґрунтів з метою уникнення швидкого переходу добрива у недоступну рослинам форму
Низька рівномірність внесення (різна концентрація добрив у ґрунтовому шарі) через гранульовану форму	Висока рівномірність і точність внесення. Потенціал міграції – до 15 см	Висока рівномірність і точність внесення

Причому аграрії мають враховувати особливості комплексних мінеральних добрив щодо внесення: тверді застосовують переважно у передпосівний період, поліфосфатні можуть вноситися на будь-якому етапі живлення рослин, хоча найефективнішим є припосівне внесення і міжрядкове підживлення. Те саме стосується й ортофосфатів. Проте саме поліфосфатні рідкі комплексні добрива можуть виступати повноцінними заміниками традиційних твердих азотно-фосфорних (NP) і азотно-фосфорно-калійних добрив (NPK).

Оскільки вміст основних поживних елементів ґрунту є вкрай динамічним і залежить від географічних, кліматичних, сезонних факторів, типу ґрунту та сільськогосподарських культур, їх видового складу і періоду вегетації, агрохімічне обстеження й обґрунтований підхід до використання добрив є запорукою для успішного ведення агробізнесу. Одним з елементів такого підходу є аналіз добрив, які застосовуються.

Ці рекомендації поширюються на рідкі комплексні добрива (РКД), що містять два основні поживні компоненти – азот та фосфор у різних співвідношеннях з одночасним збалансованим вмістом орто- і поліфосфатів: серед найпоширеніших – **APP 10:34, APP 7:23** або подібні; калійні рідкі комплексні добрива – **NPК 3:18:18, 5:22:5, 5:20:5** з вмістом безхлорного калію та ортофосфатні рідкі – **NP 8:24** тощо (табл. 2).

Таблиця 2. Основні фізико-хімічні показники рідких комплексних добрив

Показник	Тип рідкого комплексного добрива					
	APP		NPК			NP
	10:34	7:23	3:18:18	5:22:5	5:20:5	8:24
Масова частка загального азоту (за вмістом амонійного азоту), %, не менше	10	7	3	5	5	8
Масова частка загальних фосфатів у перерахунку на P ₂ O ₅ , %, не менше	34	23	18	22	20	24
Масова частка загального калію у перерахунку на K ₂ O, %, не менше			18	5	5	
Показник активності водневих іонів, рН	5,0–7,7	5,0–7,7	5,0–7,7	5,0–7,7	5,0–7,7	5,0–7,7
Густина розчину за 20 °С, г/см ³	1,32	1,2	1,37	1,25	1,24	1,22
Визначення масової частки сухого залишку, %, не більше	0,4					

Примітка. Рідкі комплексні добрива мають за показниками якості відповідати вимогам технічних умов, що затверджені відповідним підприємством-виробником. Вміст фізико-хімічних показників (загального азоту, загального фосфору та калію) може відрізнятися від зазначених на упаковці на ±1.

ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ АЗОТУ, ЩО МІСТИТЬСЯ В АМОНІЙНІЙ ФОРМІ

(метод із застосуванням хлораміну
за ГОСТ 30181.8-94)

1. СУТЬ МЕТОДУ

Суть методу полягає в окисненні амонійного азоту до елементарного азоту хлораміном за наявності бромистого калію у фосфатному буферному розчині з рН 6,7 і наступному визначенні надлишку хлораміну йодометричним методом. Діапазон визначення масової частки амонійного азоту 1,5–20,0 %.

2. РЕАКТИВИ

Усі реактиви мають бути аналітичної чистоти (х.ч, ч.д.а або аналогічні):

2.1. Вода дистильована за ДСТУ ISO 3696:2003.

2.2. Калій бромистий, х.ч., за ГОСТ 4160.

2.3. Калій йодистий, х.ч., за ГОСТ 4232, 20 %-й лужний розчин.

Приготування розчину: 20 г йодистого калію, зваженого з похибкою не більше 0,1 г, розчиняють у воді в мірній колбі місткістю 100 см³, додають 0,5 см³ 1 н. розчину гідроксиду натрію, доводять водою до мітки, перемішують і зберігають у склянці з темного скла.

2.4. Кислота сірчана, х.ч., ($\rho_{20}=1,83$ г/см³), за ГОСТ 4204, 6 н. розчин.

Приготування розчину: відбирають 168 см³ сірчаної кислоти, додають у термостійкий циліндр або мірну колбу, де вже міститься 500 см³ дистильованої води і доводять обережно об'єм розчину до 1 дм³.

2.5. Кислота соляна, х.ч., ($\rho_{20}=1,19$ г/см³), за ГОСТ 3118, 20 %-й розчин.

Приготування розчину: 497 см³ соляної кислоти розчиняють в 1 дм³ дистильованої води.

2.6. Крохмаль розчинний, х.ч., за ГОСТ 10163, 1 %-й розчин.

Приготування розчину: 1 г крохмалю розчиняють у 10 см³ дистильованої води у скляному стакані місткістю 50 см³. У скляний стакан місткістю 150 см³ додають 90 см³ дистильованої води, ставлять на плитку, доводять до кипіння. Розведений крохмаль переливають у скляний стакан з киплячою водою. У разі необхідності фільтрують у мірну колбу на 100 см³. Готують в день випробування.

2.7. Натрію гідроксид, х.ч., за ГОСТ 4328, 1 н. розчин.

Приготування розчину: 40 г гідроксиду натрію розчиняють у термостійкому посуді в 1 дм³ дистильованої води.

2.8. Тіосульфат натрію (натрію сірчистоватокислий), ч.д.а., 0,1 н. розчин.

Приготування розчину: 0,1 н. стандарт-титр тіосульфат натрію розчиняють в 1 дм³ дистильованої води.

2.9. Натрій фосфорнокислий двозаміщений, х.ч., за ГОСТ 4172,

2.10. Хлорамін Б або Т; 0,6 н. розчин.

Приготування 0,6 н. розчину хлораміну Б або Т: (84,5±0,1) г хлораміну зважують, поміщають у мірну колбу місткістю 1 дм³, доводять водою до мітки, перемішують та фільтрують у склянку з темного скла з притертою пробкою.

2.11. Калій фосфорнокислий однозаміщений, х.ч., за ГОСТ 4198.

2.12. Фосфатний буферний розчин з додаванням бромистого калію.

Приготування фосфатного буферного розчину з додаванням бромистого калію: 30 г однозаміщеного фосфорнокислого калію, 60 г двозаміщеного фосфорнокислого натрію та 100 г бромистого калію зважують з похибкою не більше 0,1 г, розчиняють у воді в мірній колбі місткістю 1 дм³, доводять водою до мітки, перемішують та фільтрують у склянку з темного скла з притертою пробкою.

2.13. Метилловий оранжевий, індикатор (4-диметиламіноазобензен-4'-сульфонат натрію, C₁₄H₁₄O₃N₃SNa), готують за ДСТУ 8056:2015, 0,1 %-й розчин.

Приготування розчину: 0,1 г метилового оранжевого розчиняють у 100 см³ дистильованої води.

3. ОБЛАДНАННЯ

3.1. Ваги лабораторні аналітичні з найбільшою межею зважування 220 г і ціною поділки 0,0001 г згідно з ДСТУ 7270:2012.

- 3.2. рН-метр призначений для вимірювання рН у водних розчинах дискретністю 0,01, з похибкою приладу $\pm 0,05$.
- 3.3. Бюретка місткістю 25 см³; 2-й клас точності згідно з ДСТУ EN ISO 385:2018.
- 3.4. Піпетки місткістю 5, 10 і 25 см³; 2-й клас точності згідно з ДСТУ EN ISO 835:2018.
- 3.5. Колба мірна термохімічна стійка (ТХС) місткістю 250 см³ згідно з ДСТУ ISO 1042:2009.
- 3.6. Пристрій для промивання рН-метра будь-якого типу.
- 3.7. Стакан ТХС місткістю 100 і 250 см³ згідно з ТУ У 23.1-36265663-001:2016.
- 3.8. Електроплитка.
- 3.9. Шпатель 2(3) або ложка 2(3) керамічні за ГОСТ 9147.
- 3.10. Фільтри паперові знезолені («червона стрічка»), діаметр від 9 до 15 см.

Примітка. Допускається використовувати апаратуру, посуд та інші засоби вимірювань, що мають такі самі чи кращі технічні й метрологічні характеристики. Засоби вимірювальної техніки повинні бути повірені/калібровані відповідними органами згідно з чинним законодавством України.

4. ПРОВЕДЕННЯ ВИПРОБУВАНЬ

Зважують 1–2 г добрива з точністю $\pm 0,0001$ г, поміщають у стакан місткістю 250 см³, доливають 10 см³ розчину 6 н. сірчаної кислоти (або 20 %-й розчин соляної кислоти), накривають годинниковим склом, кип'ятять 5 хв, охолоджують, кількісно переносять у мірну колбу на 250 см³, доводять водою до мітки і перемішують.

Переносять піпеткою 10 см³ (допускається від 5 до 25 см³) отриманого розчину, який містить від 1 до 5 мг N, в конічну колбу на 250 см³ із притертою пробкою, додають 1–2 краплі 0,1 %-го розчину метилового оранжевого та по краплям додають розчину гідроксиду натрію до переходу забарвлення у жовтий колір.

Потім додають 10 см³ буферного розчину, перемішують і по стінці колби піпеткою приливають 5 см³ розчину хлораміну. Колбу закривають скляною пробкою, перемішують і залишають у спокої на 10–15 хв.

Додають 3 см³ розчину йодистого калію, 10 см³ 6 н. розчину сірчаної кислоти, закривають скляною пробкою і залишають у темряві на 3–5 хв.

Після чого титрують розчином тіосульфату натрію за наявності 0,5 см³ 1 %-го розчину крохмалю, який додають у кінці титрування за появи солон'яно-жовтого забарвлення розчину (за рахунок йоду, що виділився). Титрування продовжують по краплях до знебарвлення розчину.

Водночас проводять контрольний дослід з дистильованою водою із тією самою кількістю реактивів, але без досліджуваної проби, дотримуючись такої самої послідовності додавання всіх реактивів.

5. ОБРОБЛЕННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

Масову частку амонійного азоту X , %, розраховують за формулою:

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot K \cdot 4,67 \cdot 0,1 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot V_2 \cdot 1000},$$

де V – об'єм точно 0,1 н. розчину тіосульфату натрію, витраченого на титрування в контрольному досліді, см³;

V_1 – об'єм точно 0,1 н. розчину тіосульфату натрію, витраченого на титрування аналізованого розчину, см³;

m – маса наважки, г;

V_2 – об'єм розчину проби, взятий для аналізу, см³;

K – коефіцієнт поправки для 0,1 н. розчину тіосульфату натрію;

4,67 – молярна маса еквівалента азоту, г/моль;

250 – загальний об'єм, проби, що аналізують, см³;

100 – перерахунок, %;

0,1 – номінальна молярна концентрація розчину тіосульфату натрію, моль/дм³ (н);

1000 – перерахунок, мг у г.

6. ТОЧНІСТЬ

За результат аналізу приймають середнє арифметичне значення двох паралельних випробувань, абсолютне розходження між якими при довірчій ймовірності $P=0,95$, не повинно перевищувати 0,2 % (для масових часток азоту 10–13 %).

ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ ЗАГАЛЬНИХ ФОСФАТІВ ДИФЕРЕНЦІЙНИМ ФОТОМЕТРИЧНИМ МЕТОДОМ

(за ГОСТ 20851.2)

1. СУТЬ МЕТОДУ

Метод ґрунтується на утворенні жовто-забарвленого фосфорнованадієво-молібденового комплексу $H_4[PVMo_{11}O_{40}]$ і фотометричному вимірюванні оптичної густини цього комплексу за довжини хвилі $\lambda=430-450$ нм відносно розчину порівняння з нульовим вмістом P_2O_5 та відповідною кількістю кольороутворюючого реактиву (розчину I).

2. ОБЛАДНАННЯ

2.1. Спектрофотометр з монохроматором або фільтром з фотоелектричним елементом та кюветами з довжиною оптичного шляху не менше 10 мм. Фотоелектроколориметри типу КФК ($\lambda=440$ нм) і ФЕК-56 М (світлофільтр № 4) або інший аналогічний прилад.

2.2. Шафа сушильна ШС-40М або аналогічна з похибкою регулювання температури не більше $\pm 2,5$ °С.

2.3. Ексикатор за ТУ У 23.1-36265663-001:2016, заповнений осушувачем.

2.4. Бюкс СН діаметром 32–58 мм і висотою 50 мм за ТУ У 23.1-36265663-001:2016.

2.5. Стакан скляний ТХС місткістю 250 см³ за ТУ У 23.1-36265663-001:2016.

2.6. Колба мірна скляна місткістю 100 і 250 см³ за ДСТУ ISO 1042:2005.

2.7. Піпетки градуйовані місткістю 2 і 5 см³ за ДСТУ EN ISO 835:2018.

2.8. Мікробюретка 1-2-2-5-0,02 або 1-2-2-10-0,05 за ДСТУ EN ISO 835:2018.

2.9. Ваги лабораторні аналітичні з найбільшою межею зважування 220 г і ціною поділки 0,0001 г згідно з ДСТУ 7270:2012.

Примітка. Допускається використовувати апаратуру, посуд та інші засоби вимірювань, що мають такі самі чи кращі технічні й метрологічні характеристики. Засоби вимірювальної техніки повинні бути повірені/калібровані відповідними органами згідно з чинним законодавством України.

3. РЕАКТИВИ

3.1. Кислота азотна, х.ч., $\rho_{20}=1,40$ г/см³ згідно з ГОСТ 4461, концентрована і розбавлена 1:2.

3.2. Кислота сірчана, х.ч., $\rho_{20}=1,83$ г/см³ згідно з ГОСТ 4204.

3.3. Кислота соляна, х.ч., $\rho_{20}=1,19$ г/см³ згідно з ГОСТ 3118, розчин з масовою часткою 20 %.

Приготування розчину: 497 см³ соляної кислоти ($\rho_{20}=1,19$ г/см³) розчиняють в 1 дм³ дистильованої води.

3.4. Фенолфталеїн (індикатор), розчин з масовою часткою 0,1 %, готують за ДСТУ 8056:2015.

Приготування розчину: 0,1 г фенолфталеїну розчиняють у 100 см³ етанолу з масовою часткою 80 % або 1 г розчиняють у 80 см³ етанолу з масовою часткою 96 % і доводять об'єм розчину дистильованою водою до 100 см³.

3.5. Натрію гідроокис згідно з ГОСТ 4328, розчин з масовою часткою 10 %.

Приготування розчину: 10 г гідроксиду натрію розчиняють у термостійкому посуді у 90 см³ дистильованої води, готують згідно з ДСТУ 7274:2012.

3.6. Калій фосфорнокислий однозаміщений, х.ч., згідно з ГОСТ 4198.

Примітка. Під час випробувань та приготування реактивів застосовують дистильовану воду згідно з ДСТУ ISO 3696:2003.

4. ПІДГОТОВКА РОЗЧИНІВ ТА РЕАКТИВІВ ДО АНАЛІЗУ

4.1. Приготування основного градуювального розчину Р₂О₅ (4 мг в 1 см³)

У бюксу поміщають 8–9 г однозаміщеного фосфорнокислого калію і сушать у сушильній шафі за температури 100–105 °С упродовж 2 год, потім охолоджують в ексікаторі упродовж 40–60 хв.

Наважку висушеного однозаміщеного фосфорнокислого калію масою (7,6696±0,0002) г розчиняють у воді з 5 см³ азотної кислоти ($\rho_{20}=1,40$ г/см³), переносять в мірну колбу місткістю 1 дм³,

доливають водою за температури 20 °С до мітки і ретельно перемішують.

4.2. Робочий градувальний розчин P_2O_5 (0,2 мг в 1 см³)

У мірну колбу місткістю 1 дм³ відбирають піпеткою 50 см³ розчину однозаміщеного фосфорнокислого калію, що містить 4 мг P_2O_5 в 1 см³ (за п. 4.1), і доводять до мітки водою за температури близько 20 °С. Розчин стійкий не більше 7 днів.

Примітка. Допускається, як робочий градувальний розчин, застосовувати розчин KH_2PO_4 з концентрацією P_2O_5 1 мг/см³ виготовлений таким чином: 4–5 г KH_2PO_4 поміщають у бюксу діаметром від 32 до 58 мм і висотою 30 мм і висушують у сушильній шафі за температури 108 ± 4 °С упродовж 2 год, охолоджують в ексикаторі упродовж 40–60 хв. Наважку висушеного KH_2PO_4 ($1,9175 \pm 0,0002$) г розчиняють у мірній колбі місткістю 1 дм³, додають 10 см³ концентрованої сірчаної кислоти, доводять об'єм розчину водою до мітки і перемішують. Перевагою цього градувального розчину є його використання без розведення, що зменшує сумарну невизначеність випробування.

4.3. Суміш ванадієво-молібденова

4.3.1. Розчин А – азотна кислота згідно з ГОСТ 4461, розбавлена 1:2.

4.3.2. Розчин Б – амоній ванадієвокислий мета згідно з ГОСТ 9336.

Розчин з масовою часткою 0,25 % готують таким чином: ($2,5 \pm 0,0001$) г ванадієвокислого амонію мета розчиняють у термостійкому посуді у 500 см³ гарячої води за температури 60–90 °С, додають 20 см³ азотної кислоти ($\rho_{20} = 1,40$ г/см³), охолоджують, переносять у мірну колбу місткістю 1 дм³, доводять водою до мітки і перемішують і, якщо необхідно, фільтрують.

4.3.3. Розчин В – амоній молібденовокислий згідно з ГОСТ 3765.

Розчин з масовою часткою 5 % готують таким чином: у термостійкому посуді зважують ($50 \pm 0,0001$) г молібденовокислого амонію, розчиняють у 500 см³ води за температури 50 °С, кількісно переносять у мірну колбу місткістю 1 дм³, охолоджують, доводять водою до мітки, перемішують і, якщо необхідно, фільтрують.

4.3.4. Розчин Г.

Змішують однакові об'єми розчинів А, Б і В у зазначеній послідовності в день проведення випробування.

Розчин зберігають у бутлях з темного скла у прохолодному місці (можна за температури 16–25 °С).

Примітка. Якщо кислотність мала, то жовте забарвлення з'являється й у відсутності іонів ортофосфату; за надто високої кислотності гетерокомплекс утворюється дуже повільно.

Примітка. Речовини, що можуть заважати аналізу. Визначенню фосфатів заважають ферум (III), хром, нікель, кобальт, купрум, уран (VI), які мають власне забарвлення, а також арсен – за рахунок утворення забарвлених гетерополікомплексів. Присутність відновників спотворює результати фотометричного визначення фосфатів.

5. ПІДГОТОВКА ПРОБ ДО ВИПРОБУВАНЬ

5.1. Екстракція загальних, засвоюваних та водорозчинних фосфатів

5.1.1. Екстракція загальних фосфатів розчином соляної (азотної) кислоти (за ГОСТ 20851.2)

5.1.1.1. Суть методу

Метод ґрунтується на розчиненні проби у розчині соляної або азотної кислоти при кип'ятінні.

5.1.1.2. Екстракція загальних фосфатів

Наважку добрива вибирають залежно від очікуваної концентрації фосфатів у РКД, зазвичай $(1 \pm 0,0001)$ г або $(2 \pm 0,0001)$ г. Зважування проводять на вагах 2-го класу із точністю зважування до 4-го знаку.

Наважку добрива поміщають у стакан місткістю 250–300 см³, додають 5–10 см³ води і потім додають 50 см³ розчину 20%-ї соляної кислоти або розчину азотної кислоти (1:2). Стакан накривають годинниковим склом і нагрівають спочатку повільно, а потім доводять до кипіння і повільно кип'ятять 30 хв, час від часу помішуючи склянною паличкою. За необхідності при втраті об'єму під час кип'ятіння, розчин доводять дистильованою водою до 50 см³.

Примітка. Для добрив, що містять поліфосфати (для переведення поліфосфатів в ортофосфати), кип'ятіння може тривати 60 хв.

Після кип'ятіння розчин розбавляють водою вдвічі і кількісно переносять разом з осадом у мірну колбу місткістю 250 або 500 см³, ретельно обмиваючи стінки водою. Після охолодження до кімнатної температури об'єм розчину доводять дистильованою водою до мітки, перемішують і фільтрують, відкидаючи перші порції (10–20 см³) фільтрату.

5.1.1.3. Екстракція засвоюваних та водорозчинних фосфатів

Зазвичай у РКД фосфати (P₂O₅) перебувають у повністю доступних для рослин формах. Але вимоги конкретних технічних умов (ТУ) можуть передбачати визначення засвоюваних та водорозчинних форм фосфатів.

Методики екстракції таких форм фосфатів наведено у *додатках А–В*.

6. ПРОВЕДЕННЯ ВИПРОБУВАНЬ

6.1. Підготовка до випробувань екстрактів водорозчинних та засвоюваних фосфатів

До термостійкої склянки місткістю 200–400 см³ вносять частину екстракту фосфатів, отриманих за п. 5.1.1.2 для загальних фосфатів або *додатками А–В* для водорозчинних та засвоюваних фосфатів, зазвичай 25 см³ або інший, додають 20 см³ 20 %-го розчину соляної кислоти і 5–10 см³ води, кип'ятять 15–20 хв. Під час кип'ятіння накривають склянку годинниковим склом. Охолоджують, потім розчин кількісно переносять до мірної колби місткістю 100 см³ і доводять об'єм дистильованою водою до мітки. Далі випробування проводять за п. 6.2.

Примітка. Випробування екстрактів водорозчинних та засвоюваних фосфатів. Допускають проводити цю саму операцію (п. 6.1) наступним чином. До термостійкої конічної колби місткістю 100 см³ вносять 2–5 см³ екстракту (або інший об'єм з урахуванням вмісту фосфатів у досліджуваній пробі згідно з *табл. 1*), додають 2 см³ 20 %-го розчину соляної кислоти та 5–10 см³ дистильованої води, кип'ятять 10 хв і охолоджують. Потім, обмиваючи стінки водою, кількісно переносять розчин у мірну колбу місткістю 100 см³ і додають 25 см³ розчину *Г* і доводять об'єм дистильованою водою до мітки. Далі аналізують на фотоколориметрі або спектрофотометрі за довжини хвилі $\lambda=430\text{--}450$ нм.

Примітка. За необхідності етап п.6.1 проводять і для екстрактів, вилучених за п. 5.1.1.2 для загальних фосфатів.

6.2. Проведення аналізу для визначення фосфатів

У мірну колбу місткістю 100 см³ відбирають піпеткою досліджуваний розчин РКД, отриманий за п. 5.1 або п. 6.1, об'єм якого підбирають з урахуванням вмісту фосфатів у досліджуваній пробі згідно з *табл. 1*. Потім додають 25 см³ реактиву на фосфати (розчин *Г*), доводять дистильованою водою до мітки, перемішують і відстоюють 15 хв (допускається до 60 хв) і далі аналізують на фотоколориметрі або спектрофотометрі за довжини хвилі $\lambda=430\text{--}450$ нм, застосовують кювету з довжиною оптичного шляху не менше 10 мм.

6.3. Побудова градуювального графіка

Для побудови градуювального графіка в мірні колби місткістю 100 см³ вносять по черзі об'єми робочих градуювальних розчинів з концентрацією 1 мг Р₂О₅ в 1 см³ або 0,2 мг Р₂О₅ в 1 см³ відповідно

Таблиця 1. Рекомендовані об'єми екстрактів фосфатів для фотометричного аналізу

Очікувана концентрація фосфатів у РКД, %	Наважка РКД, г	Об'єм колби для екстракції, см ³	Очікуваний вміст фосфатів в 1 см ³ , мг	Об'єм розчину проби для випробувань, см ³	
				мінімальний	максимальний
3	1	250	0,12	13	38
3	1	500	0,06	25	75
3	2	250	0,24	6	19
3	2	500	0,12	13	38
5	1	250	0,2	8	23
5	1	500	0,1	15	45
5	2	250	0,4	4	11
5	2	500	0,2	8	23
10	1	250	0,4	4	11
10	1	500	0,2	8	23
10	2	250	0,8	2	6
10	2	500	0,4	4	11
20	1	250	0,8	2	6
20	1	500	0,4	4	11
20	2	250	1,6	1	3
20	2	500	0,8	2	6
34	1	250	1,36	1	3
34	1	500	0,68	2	7
34	2	250	2,72	1	2
34	2	500	1,36	1	3
37	1	250	1,48	1	3
37	1	500	0,74	2	6
37	2	250	2,96	1	2
37	2	500	1,48	1	3

до *табл. 2*. Кількість точок градуувального графіка підбирається, виходячи з очікуваної концентрації фосфатів у пробі РКД, що аналізується.

Розбавляють робочі градуувальні розчини водою до об'єму майже 30 см³. Після цього доливають 25 см³ розчину Г, доводять водою до мітки за температури 20 °С і перемішують.

Таблиця 2. Робочі градувальні розчини порівняння для побудови градувального графіка

Номер розчину порівняння	Об'єм робочого градувального розчину, см ³ , який містить		Концентрація P ₂ O ₅ мг/см ³ (у мірній колбі на 100 см ³)
	1 мг P ₂ O ₅ в 1 см ³	0,2 мг P ₂ O ₅ в 1 см ³	
1	1,0	5,0	1,0
2	1,5	7,5	1,5
3	2,0	10,0	2,0
4	2,5	12,5	2,5
5	3,0	15,0	3,0
6	3,5	17,5	3,5
7	4,0	20,0	4,0
8	4,5	22,5	4,5
9	5,0	25,0	5,0
10	5,5	27,5	5,5

Через 15 хв (але не більше ніж через 60 хв) вимірюють оптичну густину забарвлених робочих градувальних розчинів відносно розчину порівняння з нульовим вмістом P₂O₅.

Для приготування нульового розчину для градувального графіка відбирають 25 см³ реактиву Г у мірну колбу на 100 см³ і доводять дистильованою водою до мітки. Цей розчин використовують для налаштування приладу перед початком вимірювань.

Робочі градувальні розчини готують одночасно з приготуванням розчину проби, що аналізується, причому оптичну густину робочих розчинів вимірюють на початку і в кінці аналізу, визначають середнє арифметичне значення і будують градувальний графік, відкладаючи на осі абсцис концентрацію P₂O₅ в 100 см³ розчину в міліграмах, а на осі ординат – відповідні їм значення оптичної густини.

Для розрахунків можна застосовувати рівняння лінійної регресії, якщо це передбачено програмним забезпеченням приладу.

7. ОБРОБЛЕННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

Масову частку фосфатів X , %, у перерахунку на P₂O₅ розраховують за формулою:

1 – для загальних фосфатів:

$$X = \frac{m_1 \cdot V_2 \cdot 100}{m \cdot V_4 \cdot 1000} = \frac{m_1 \cdot V_2 \cdot 0,1}{m \cdot V_4} ;$$

2 – для водорозчинних та засвоюваних фосфатів:

$$X = \frac{m_1 \cdot V_2 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot V_3 \cdot 1000} ,$$

де m_1 – маса фосфатів (P_2O_5) у пробі, що аналізується, визначена за градуувальним графіком, мг;

m – маса наважки проби, що аналізується, г;

V_1 – об'єм розчину проби для випробувань при проведенні кольорової реакції (табл. 1, для водорозчинних та засвоюваних форм зазвичай 2 або 5 см³);

V_2 – об'єм мірної колби, що використовують при екстракції фосфатів, см³ (250 або 500 см³);

V_3 – об'єм розчину екстракту, що був відібраний для переведення поліфосфатів в ортофосфати для водорозчинних та засвоюваних форм за п. 6.1 (зазвичай 25 см³);

V_4 – об'єм розчину проби для випробувань при проведенні кольорової реакції (табл. 1, для загальних форм зазвичай 2 або 5 см³);

100 – об'єм мірної колби за п.6.1;

100 – перерахунок у %;

1000 – перерахунок, з мг у г.

8. ТОЧНІСТЬ

За результат вимірювань приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних вимірювань, допустима розбіжність між якими при довірчій ймовірності $P=0,95$ не повинна перевищувати:

- при масовій частці P_2O_5 від 3 до 10–0,2 %;
- при масовій частці P_2O_5 від 10 до 50–0,4 %;
- при масовій частці P_2O_5 від 50–0,5 %.

ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ ЗАГАЛЬНОГО КАЛІЮ. ПОЛУМ'ЯНО-ФОТОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД

(за ГОСТ 20851.3)

1. СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Метод заснований на вимірюванні інтенсивності випромінювання калію, що вводиться в полум'я фотометра у вигляді аерозолю.

Метод застосовують для добрив з масовою часткою калію від 3 до 53 % у перерахунку на K_2O .

2. ОБЛАДНАННЯ

2.1. Фотометр полум'яний, або спектрофотометр полум'яний, або атомно-абсорбційний типу «Сатурн», чи інший аналітичний прилад.

2.2. Ваги лабораторні аналітичні з найбільшою межею зважування 220 г і ціною поділки 0,0001 г згідно з ДСТУ 7270:2012.

2.3. Плитка електрична.

2.4. Бюретки 1-2-10-0,05; 1(3)-2-50-0,1 за ДСТУ EN ISO 835:2018.

2.5. Піпетки 1-2-5, 2-2-10 (15, 20, 25, 50) за ДСТУ ISO 648:2015.

2.6. Колби мірні 1 (2) – 200 (250, 500, 1000) за ДСТУ ISO 1042:2005.

2.7. Колби конічні Кн-2-250-ТС за ТУ У 23.1-36265663-001:2016.

2.8. Стакан Н-1 (2)-50 ТХС або В-(2)-50 ТС за ТУ У 23.1-36265663-001:2016.

2.9. Циліндр 1-500 за ДСТУ ГОСТ 18481:2009.

3. РЕАКТИВИ

3.1. Калій хлористий, х.ч., за ГОСТ 4234.

3.2. Калій, основний розчин с концентрацією 1 мг калію в 1 см³, готують за ГОСТ 4212:76.

Приготування розчину: 1,91 г КСІ розчиняють в 1 дм³ дистильованої води.

3.3. Кислота соляна, х.ч., за ГОСТ 3118, 2 н. розчин.

Приготування розчину: 164 см³ соляної кислоти ($\rho_{20}=1,19$ г/см³) розчиняють в 1 дм³ дистильованої води.

3.4. Фільтри паперові «біла стрічка» або фільтри з лабораторного фільтрувального паперу за ГОСТ 12026.

3.5. Папір міліметровий за ГОСТ 334.

Примітка. Під час випробувань та приготування реактивів застосовують дистильовану воду згідно з ДСТУ ISO 3696:2003.

4. ПІДГОТОВКА ДО ВИПРОБУВАНЬ

4.1. Підготовка досліджуваного розчину

Для підготовки досліджуваного розчину зважують ($5\pm 0,001$) г РКД, поміщають у мірну колбу місткістю 500 см³, додають 150–200 см³ води, доводять до кипіння і кип'ячать упродовж 10 хв. Потім розчин охолоджують, доводять до мітки, перемішують і фільтрують через сухий складчастий фільтр у сухий стакан, відкидаючи першу порцію фільтрату об'ємом 50 см³.

4.2. Приготування розчинів порівняння

Для РКД проводять приготування розчинів порівняння таким чином: у мірну колбу місткістю 200 см³ вносять основний розчин і розчин соляної кислоти в кількості, вказаній у *табл. 1*. Розчини доводять водою до мітки і ретельно перемішують.

Таблиця 1. Приготування розчинів порівняння

Концентрація калію в розчинах порівняння, мг/см ³	Об'єм основного розчину (1 мг К ⁺ /см ³), см ³	Об'єм соляної кислоти (2 н розчин), см ³
0,00	0	10
0,01	2	10
0,02	4	10
0,03	6	10
0,04	8	10
0,05	10	10

5. ПОБУДОВА ГРАДУЮВАЛЬНОГО ГРАФІКА

Вимірюють інтенсивність випромінювання розчинів порівняння і будують градувальний графік: по осі абсцис відкладають концентрацію калію в розчинах порівняння, а по осі ординат – відповідні їм значення за приладом.

Масштаб градуувального графіка: по осі абсцис відкладають $1 \cdot 10^{-3}$ мг/см³ K⁺ – 5 мм; по осі ординат – одну поділку приладу 2 мм.

Кожна точка градуувального графіка є середнім арифметичним з трьох результатів вимірювань.

При значних коливаннях повітря і газу рекомендують застосовувати метод обмежувальних розчинів порівняння.

6. ПРОВЕДЕННЯ ВИПРОБУВАНЬ

У мірну колбу місткістю 200 см³ відбирають піпеткою 5 см³ відфільтрованого розчину, отриманого за п. 4.1, додають 10 см³ розчину 2 н. соляної кислоти, доводять водою до мітки і ретельно перемішують.

Отриманий розчин вводять у полум'яний фотометр, знімають показники на приладі і за графіком знаходять концентрацію калію в аналізованому розчині, потім вимірювання повторюють і отримують другий результат.

Для унеможливлення впливу зміни тиску газу та повітря вимірювання повторюють у зворотному порядку. Для розрахунку беруть середнє значення з двох вимірювань.

7. ОБРОБЛЕННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

Масову частку калію X , %, у перерахунку на K₂O у, %, обраховують за формулою:

$$X = c \cdot \frac{V_1}{m} \cdot \frac{V_3 \cdot 1,205 \cdot 100}{V_2 \cdot 1000},$$

де c – масова концентрація калію за градуувальним графіком за середнім значення двох випробувань, мг/см³;

m – маса наважки досліджуваної проби, мг;

1,205 – коефіцієнт перерахунку іона K⁺ на K₂O;

V_1 – об'єм вихідного досліджуваного розчину, см³;

V_2 – об'єм досліджуваного розчину, використаного для розбавлення, см³;

V_3 – об'єм розбавленого досліджуваного розчину, см³;

1000 – коефіцієнт перерахунку, мг у г;

100 – коефіцієнт перерахунку, %.

8. ТОЧНІСТЬ

За результат аналізу приймають середнє арифметичне двох паралельних визначень, допустимі розбіжності між якими при довірчій ймовірності $P=0,95$ (табл. 2).

Таблиця 2. Точність вимірювань

Масова частка калію у перерахунку на K_2O , %	Допустимі розходження між двома паралельними вимірюваннями K_2O , %	Абсолютна сумарна похибка результату вимірювань K_2O , %
До 5	0,4	$\pm 0,2$
Від 5 до 20 включно	0,6	$\pm 0,3$
Понад 20 до 30 включно	1,2	$\pm 0,6$
Від 44 до 54 включно	1,5	$\pm 0,8$

Результат заокруглюють до кількості значущих цифр, вказаних у нормативно-технічній документації на конкретний продукт.

ВИЗНАЧЕННЯ ПОКАЗНИКА АКТИВНОСТІ ВОДНЕВИХ ІОНІВ, (pH) (за ДСТУ ISO 6353-1:2012)

1. СУТЬ МЕТОДУ

Потенціометричне визначення кислотності (pH) – це електрометричний метод визначення активності іонів гідрогену у вигляді водневого показника pH, що ґрунтується на вимірюванні різниці потенціалів між двома електродами (вимірювальним та електродом порівняння), зануреними у пробу, що аналізують.

pH – величина, що вказує на міру активності іонів водню (H^+) в розчині, тобто ступінь його кислотності або лужності. pH обчислюють як від’ємний десятковий логарифм активності іонів H^+ (або, точніше, для водних розчинів – іонів гідроксонію [H_3O^+]) і є безрозмірною величиною.

2. РЕАКТИВИ

2.1. Вода дистильована з питомою електропровідністю не вище ніж 0,2 мСм/м за температури 25 °C та pH вище ніж 5,6 за ДСТУ ISO 3696:2003.

2.2. Розчин хлориду калію, $c(KCl)=1$ моль/дм³.

Приготування розчину: розчиняють 74,5 г хлориду калію у воді та розводять до 1 дм³. Можна використовувати готовий комерційний розчин.

2.3. Буферні розчини для калібрування pH-метра.

Застосовують для калібрування не менше ніж два буферні розчини. Також можна застосовувати комерційно доступні буферні розчини з такими самими або еквівалентними значеннями pH.

2.3.1. Буферний розчин, pH 4,00 за температури 20 °C.

Приготування розчину: розчиняють 10,21 г гідрофталату калію ($C_8H_5O_4K$) у воді та доводять об’єм до 1000 см³. Гідрофталат калію має бути висушено перед використанням упродовж 2 год за температури 115 ± 5 °C.

2.3.2. Буферний розчин, рН 6,88 за температури 20 °С.

Приготування розчину: розчиняють 3,39 г дигідрофосфату калію (KH_2PO_4) і 3,53 г гідрофосфату натрію (Na_2HPO_4) у воді та доводять об'єм до 1000 cm^3 .

Дигідрофосфат калію має бути висушено перед використанням упродовж 2 год за температури 115 ± 5 °С.

2.3.3. Буферний розчин, рН 9,22 за температури 20 °С.

Приготування розчину: розчиняють 3,80 г десятиводного тетраборату натрію ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) у воді та доводять об'єм до 1000 cm^3 . Десятиводний тетраборат натрію у разі тривалого зберігання може втрачати кристалізаційну воду.

Примітка. Буферні розчини 2.3.1, 2.3.2 і 2.3.3 стабільні впродовж одного місяця, якщо їх зберігають у поліетиленових бутлях.

3. ОБЛАДНАННЯ

3.1. Ваги технічні з найбільшою межею зважування 500 г і ціною поділки 0,1 г за ДСТУ 7270:2012.

3.2. Ваги лабораторні аналітичні з найбільшою межею зважування 220 г і ціною поділки 0,0001 г за ДСТУ 7270:2012.

3.3. рН-метр призначений для вимірювання рН у водних розчинах дискретністю 0,01 і похибкою приладу $\pm 0,05$.

3.4. Стакан скляний ТХС місткістю 80–100 cm^3 за ТУ У 23.1-36265663-001:2016;

3.5. Колба мірна скляна ТХС місткістю 1000 cm^3 за ДСТУ ISO 1042:2005.

4. ПІДГОТОВКА ДО ВИПРОБУВАНЬ

4.1. Калібрування рН-метра

Калібрують рН-метр, як вказано в інструкції виробника, застосовуючи буферні розчини 2.3.1–2.3.3 або готові комерційні калібрувальні розчини за температури (20 ± 2) °С.

5. ПРОВЕДЕННЯ ВИПРОБУВАНЬ

Наважку РКД $(10 \pm 0,1)$ г переносять до мірної колби місткістю 100 cm^3 , розбавляють до мітки водою, перемішують.

Переливають у стакан, вимірюють рН у розчині за температури (20 ± 2) °С негайно після або під час перемішування. Зчитують показання рН після досягнення стабільного значення.

Записують значення з точністю до двох десяткових знаків. Остаточний результат заокруглюють до 0,1.

Промивають електрод водою щоб видалити залишки проби або буферного розчину і занурюють у воду.

6. ТОЧНІСТЬ

За результат аналізу приймають середнє арифметичне двох паралельних визначень. Допустиме розходження між паралельними визначеннями за довірчої ймовірності $P=0,95$ не повинно перевищувати 5 від. %.

ВИЗНАЧЕННЯ ГУСТИНИ РІДКОГО КОМПЛЕКСНОГО ДОБРИВА З ВИКОРИСТАННЯМ АРЕОМЕТРІВ (за ДСТУ 7261:2012)

1. ОБЛАДНАННЯ

1.1. Циліндр мірний місткістю 250 см³ з безбарвного скла із внутрішнім діаметром більшим за діаметр ареометра не менше ніж на 25 мм згідно з ДСТУ ГОСТ 18481:2009.

1.2. Ареометри загального призначення з ціною поділки 1 кг/м³ (0,001 г/см³) і шкалою 1,18–1,42 згідно з ДСТУ ISO 649-2:2016.

1.3. Термометр з ціною поділки 0,1 °С для вимірювання температури від 0 до 50 °С згідно з ДСТУ ISO 386:2018.

1.4. Термостат будь-якого типу, здатний підтримувати температуру (20,0±0,1) °С.

Примітка. Ареометр і термометр мають бути повіреними або відкаліброваними в установленому порядку.

2. ПРОВЕДЕННЯ ВИПРОБУВАНЬ

Якщо в технічній документації на продукт, густину якого визначають (далі – рідина), не зазначено інше, то випробовування виконують за таких умов:

- температура навколишнього повітря – від 15 до 25 °С;
- відносна вологість повітря – до 80 %;
- атмосферний тиск – від 84 до 106 кПа.

2.1. Вимірювання густини РКД ареометрами

Наповнюють чистий сухий циліндр рідиною так, щоб її рівень не доходив до верхнього краю циліндра на 3–4 см. Циліндр поміщають у термостат зі сталою температурою (20,0±0,1) °С.

Вимірюють температуру рідини, обережно перемішуючи її термометром. Коли температура рідини становитиме (20,0±0,1) °С, циліндр виймають із термостату і встановлюють його на рівній по-

верхні. У циліндр обережно занурюють чистий сухий ареометр, шкала якого відповідає очікуваному значенню густини. Відстань від нижнього кінця ареометра до дна циліндра має бути не менше ніж 3 см.

Ареометр притримують руками доти, поки він не почне плавати не торкаючись стінок та дна циліндра. Після припинення коливань ареометра відлічують його показники за нижнім краєм меніску рідини. Під час визначання густини спостерігають, щоб температура рідини залишалася у межах $(20,0 \pm 0,1) \text{ }^\circ\text{C}$ і фіксують значення температури у журналі. За шкалою ареометра визначають значення густини в г/см^3 .

3. РЕЗУЛЬТАТИ

Результатом дослідження густини є середнє арифметичне значення результатів двох паралельних випробувань.

4. ТОЧНІСТЬ

Допустимі розходження між результатами двох паралельних випробувань мають не перевищувати 1 кг/м^3 ($0,001 \text{ г/см}^3$) для ареометрів із ціною поділки 1 кг/м^3 ($0,001 \text{ г/см}^3$).

ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ СУХОГО ЗАЛИШКУ. ГРАВІМЕТРИЧНИЙ МЕТОД

(за ДСТУ ISO 7109:2005)

1. СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт встановлює гравіметричний метод визначення сухого залишку після випарювання рідкого комплексного добрива.

2. СУТЬ МЕТОДУ

Випарювання досліджуваної порції у керамічній чашці, що попередньо зважена; зважування залишку після випарювання за температури (105 ± 2) °С.

3. ОБЛАДНАННЯ

- 3.1. Чашка керамічна діаметром близько 75 мм.
- 3.2. Піч електрична, що підтримує температуру нагрівання (105 ± 2) °С.
- 3.3. Електроплитка з регулюванням температури.
- 3.4. Ваги лабораторні загального призначення з межею зважування 220 г, з ціною найменшої поділки 0,0001 г згідно з ДСТУ 7270:2012.
- 3.5. Набір важків класу F1 згідно з ДСТУ OIML R 111-1:2008.
- 3.6. Колба мірна місткістю 200 см³ згідно з ДСТУ ISO 1042:2005.
- 3.7. Бачка водяна з регулюванням температури, здатна підтримувати температуру кипіння води.

4. ПРОВЕДЕННЯ ВИПРОБУВАНЬ

4.1. Випробувальна порція

Заповнюють мірну колбу місткістю 250 см³ з однією позначкою до мітки випробувальною порцією.

4.1. Керамічну чашку, попередньо висушену за температури (105 ± 2) °С та охолоджену в ексикаторі, зважують з точністю до 0,0001 г.

Деяку частину випробувальної порції наливають у зважену керамічну чашку та ставлять у киплячу водяну баню, що знаходиться у вентиляваній витяжній шафі. Ретельно випарюють розчин, додають деяку кількість від випробувальної порції, поки вона не випариться до об'єму близько 40 см³.

Промивають мірну колбу двома порціями дистильованої води об'ємом по 10 см³ кожна. Промивну воду вливають у чашку. Продовжують випарювати до повного випарювання рідини.

Знімають чашку з водяної бані та поміщають її в електричну піч, що підтримує температуру (105±2) °С на термін не менш ніж 30 хв. Залишають чашку з залишком охолоджуватися в ексікаторі та зважують з точністю до 0,0001 г.

Примітка. Всі роботи необхідно проводити у вентиляваній витяжній шафі. Застосовують дистильовану воду згідно з ДСТУ ISO 3696:2003.

5. ОПРАЦЮВАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

Залишок після випарювання, мл/кг, обчислюють за формулою:

$$X = \frac{m_1 - m_0}{V \cdot \rho} \cdot 10^6,$$

де m_0 – маса порожньої керамічної чашки, г;

m_1 – маса керамічної чашки із залишком, г;

V – об'єм випробувальної порції, см³;

ρ – густина випробувального зразка, г/см³.

6. ТОЧНІСТЬ

Допустима розбіжність між результатами двох паралельних вимірювань масової частки сухого залишку при довірчій ймовірності 0,95 не повинна перевищувати 0,3 %.

ПРОТОКОЛ ВИПРОБУВАНЬ

Протокол випробування має містити:

- 1) всю інформацію, необхідну для повної ідентифікації зразка;
- 2) метод аналізу та підготовка проб, які використовувалися;
- 3) отримані результати аналізу,
- 4) дату проведення відбору та процедуру відбору проб (якщо відома);
- 5) дату закінчення аналізу;
- 6) чи було виконано вимогу межі збіжності;
- 7) усі деталі операцій, не вказані у нормативному документі або розглядаються як додаткові, а також відомості про будь-які випадки, що мали місце під час виконання методу та які могли вплинути на результат(и) аналізу.

ДОДАТКИ

Додаток А

(довідковий)

ЕКСТРАКЦІЯ ВОДОРозчинних ФОСФАТІВ З РКД (за ДСТУ EN 15958:2015)

1. СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт встановлює метод екстракції водорозчинних форм фосфатів. Метод можна застосовувати для всіх добрив, включаючи комбіновані, в яких визначають вміст водорозчинного оксиду фосфору *V*.

2. СУТЬ МЕТОДУ

Фосфати за певних умов екстрагують водою при струшуванні і перемішуванні. При цьому у воді розчиняється оксид фосфору *V*, що міститься у дослідній пробі

3. ВІДБІР ПРОБ

Відбір проб проводять відповідно до ДСТУ EN 1482-1. Підготовку проб здійснюють відповідно до ДСТУ EN 1482-2.

4. РЕАКТИВИ

Вода дистильована або демінералізована згідно з ДСТУ ISO 3693:2003.

5. ОБЛАДНАННЯ

- 5.1. Мірна колба місткістю 500 см³ за ДСТУ ISO 1042:2005.
- 5.2. Роторна мішалка зі швидкістю обертання від 35 до 40 хв⁻¹.
- 5.3. Сухі гофровані фільтри, без вмісту фосфатів.

6. ПРОВЕДЕННЯ ЕКСТРАКЦІЇ

6.1. Маса аналізованого зразка

Підготовлений досліджуваний зразок масою ($5,000 \pm 0,001$) г поміщають у мірну колбу місткістю 500 см³.

6.2. Екстракція

У мірну колбу з наважкою досліджуваного зразка додають 450 см³ дистильованої води температурою 20–25 °С.

Встановлюють мірну колбу на роторну мішалку і перемішують вміст колби впродовж 30 хв.

Потім об'єм розчину доводять водою до мітки, ретельно перемішують і фільтрують через сухі гофровані фільтри.

Подальші випробування з визначення вмісту водорозчинних фосфатів проводять за п. 6 розділу «Визначення масової частки загальних фосфатів диференційним фотометричним методом».

Додаток Б

(довідковий)

ЕКСТРАКЦІЯ ЗАСВОЮВАНИХ ФОСФАТІВ ЛИМОННОЮ КИСЛОТОЮ (за ДСТУ EN 15920:2014)

1. СУТЬ МЕТОДУ

Екстракцію фосфатів з РКД проводять з використанням 2 %-го розчину лимонної кислоти.

2. ВІДБІР ПРОБ

Відбір проб проводять відповідно до ДСТУ EN 1482-1. Підготовку проб здійснюють відповідно до ДСТУ EN 1482-2.

3. РЕАКТИВИ

3.1. Вода дистильована або демінералізована за ДСТУ ISO 3696:2003.

3.2. Кислота лимонна, ч.д.а. або х.ч., ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$), використовують 2 %-й розчин.

Приготування розчину: зважують ($20,000 \pm 0,001$) г кристалів лимонної кислоти ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) і розчиняють в 1 дм³ дистильованої води;

3.3. Стандарт-титр 0,1 н. гідроксиду натрію.

Приготування розчину: стандарт титр 0,1 н. гідроксиду натрію розчиняють в 1 дм³ дистильованої води.

4. ОБЛАДНАННЯ

4.1. Ваги лабораторні загального призначення з межею зважування 220 г, з ціною найменшої поділки 0,0001 г згідно з ДСТУ 7270:2012.

4.2. Колба з широким горлом місткістю 250 см³, що забезпечує достатній об'єм для перемішування за ТУ У 23.1-36265663-001:2016.

4.3. Стакан лабораторний скляний місткістю 100 см³ за ТУ У 23.1-36265663-001:2016.

4.4. Роторна мішалка з частотою обертання від 35 до 40 об/хв.

4.5. Сухі гофровані фільтри, вільні від фосфатів.

5. ПРОВЕДЕННЯ ЕКСТРАКЦІЇ

5.1. Маса зразка

Досліджувану пробу РКД масою ($2\pm 0,0001$) г зважують у колбі з широким горлом місткістю 250 см³.

5.2. Екстракція

До аналізованого зразку додають (200 ± 1) см³ розчину лимонної кислоти.

Потім колбу герметично закривають пробкою і перемішують за допомогою ротаційної мішалки впродовж 30 хв за температури (20 ± 2) °С. Доводять об'єм 2 %-м розчином лимонної кислоти до мітки.

Якщо розчин мутний, його швидко фільтрують через сухий гофрований фільтр у суху скляну посудину, перші 20 см³ фільтрату відкидають.

Фільтрацію продовжують до тих пір, поки кількості фільтрату не буде достатньо для визначення вмісту екстрагованого фосфатів.

Подальші дослідження щодо визначення вмісту засвоєваних фосфатів проводять за п. 6 розділу «Визначення масової частки загальних фосфатів диференційним фотометричним методом».

Додаток В

(ДОВІДКОВИЙ)

ЕКСТРАКЦІЯ ЗАСВОЮВАНИХ ФОСФАТІВ РОЗЧИНОМ ТРИЛОНУ Б

(за ГОСТ 20851.2-75)

1. СУТЬ МЕТОДУ

Метод заснований на екстракції засвоюваних фосфатів розчином трилону Б молярної концентрації 0,2 моль/дм³ (0,4 н.).

2. РЕАКТИВИ

2.1. Сіль динатрієва етілендіамін-N³, N², N¹, N¹-тетраоцтової кислоти 2-водна (трилон Б) (C₁₀H₁₄N₂Na₂O₈, EDTA-Na₂) за ГОСТ 10652, розчин молярної концентрації $c=0,2$ моль/дм³ (0,4 н.).

Приготування розчину: 74,40 г трилону Б розчиняють у 700–800 см³ дистильованої води, нагрітої до температури 60–70 °С, охолоджують до кімнатної температури, кількісно переносять у мірну колбу місткістю 1 дм³, розбавляють до мітки дистильованою водою, перемішують і фільтрують через паперовий фільтр «біла стрічка».

2.2. Вода дистильована або демінералізована за ДСТУ ISO 3693:2003.

3. ОБЛАДНАННЯ

3.1. Ваги лабораторні загального призначення з межею зважування 220 г, з ціною найменшої поділки 0,0001 г за ДСТУ 7270:2012.

3.2. Колба мірна місткістю 1 дм³ за ДСТУ ISO 1042:2005.

3.3. Колба конічна місткістю 500 і 250 см³ за ДСТУ ISO 1042:2005.

3.4. Стакан лабораторний ТХС місткістю 1, 500 і 250 см³ за ДСТУ ISO 4787:2009.

3.5. Лійка скляна за ГОСТ 25336.

3.6. Циліндр скляний місткістю 250 см³ за ДСТУ ГОСТ 18481:2009.

3.7. Електроплитка, що підтримує температуру нагріву (105±2) °С згідно з ГОСТ 14919.

3.8. Механічний струшувач або магнітна мішалка.

3.9. Паперовий фільтр «біла стрічка».

3.10. Термометр лабораторний скляний ТЛ 2К-3 або інший за ДСТУ ISO 386:2018.

4. ПРОВЕДЕННЯ ВИПРОБУВАННЯ

Зважують ($1 \pm 0,0001$) г проби, приготовленої за ДСТУ EN 1482-2, переносять у конічну або мірну колбу через суху лійку, змиваючи наважку розчином трилону Б, попередньо нагрітим у склянці до температури (93 ± 3) °С, у кількості, зазначеній у *табл. 1*.

Отриманий розчин струшують на механічному струшувачі або магнітній мішалці при дотриманні вимог, зазначених у *табл. 1*.

Після охолодження вміст конічної колби кількісно переносять в мірну колбу. Об'єм розчину доводять дистильованою водою до мітки, перемішують, фільтрують через фільтр «біла стрічка», відкидаючи перші порції фільтрату.

Таблиця 1. Підготовка комплексних добрив до випробування

Добриво	Розбавлення, г/см ³	Об'єм розчину трилону Б, см ³	Умови проведення аналізу
NP, NPK, PK	1/250 1/500	150	Струшують 15 хв з розчином трилону Б, попередньо нагрітим до температури (93 ± 3) °С

Подальші випробування з визначення вмісту засвоюваних фосфатів проводять за п.6 «Визначення масової частки загальних фосфатів диференційним фотометричним методом»

Додаток Г

(довідковий)

МЕЖІ ВМІСТУ ВОДОРОЗЧИННИХ ФОСФАТІВ ТА ЗАСВОЮВАНИХ ФОСФАТІВ У РІДКИХ КОМПЛЕКСНИХ ДОБРИВАХ

Показник	Тип рідкого комплексного добрива					
	APP		NPK			NP
	10:34	7:23	3:18:18	5:22:5	5:20:5	8:24
Масова частка водорозчинних фосфатів у перерахунку на P ₂ O ₅ , %, не менше	30–32	20–21	15–16	18–20	16–18	21–22
Масова частка засвоюваних фосфатів у перерахунку на P ₂ O ₅ , %, не менше	28–30	18–20	14–15	16–18	14–16	18–21

Додаток Д

(ДОВІДКОВИЙ)

ВИЗНАЧЕННЯ КОЕФІЦІЄНТА ПОПРАВКИ K ДЛЯ МОЛЯРНОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ РОЗЧИНУ ТІОСУЛЬФАТУ НАТРІЮ

(за ГОСТ 30181.8)

Справжню молярну концентрацію розчину тіосульфату натрію визначають за точною наважкою, використовуючи як установчу речовину двохромовокислий калій, двічі перекристалізований, свіжо просушений до постійної маси за температури 150 °С і охолоджений в ексікаторі до температури навколишнього середовища.

Наважку біхромату калію масою $(0,1 \pm 0,0001)$ г поміщають у конічну колбу місткістю 250 см³, розчиняють у 10 см³ дистильованої води і після розчинення, безпосередньо перед титруванням, додають 5 см³ розчину йодистого калію з масовою часткою 16 %. Потім додають 10 см³ розчину сірчаної кислоти, закривають колбу ґодинниковим склом і витримують протягом 10 хв у темному місці.

До розчину з виділеним йодом додають 100–150 см³ дистильованої води і титрують розчином тіосульфату натрію до жовто-зеленого забарвлення розчину. Потім додають 2–3 см³ розчину крохмалю і титрують до зникнення синього забарвлення.

Справжню молярну концентрацію розчину тіосульфату натрію C_0 , моль/дм³, обчислюють за формулою:

$$C_0 = \frac{m_0 \cdot 1000}{M \cdot V_0},$$

де m_0 – маса наважки установчої речовини, г;

M – молярна маса еквіваленту установчої речовини, г/моль;

V_0 – об'єм розчину тіосульфату натрію, витрачений на титрування наважки, см³.

Коефіцієнт поправки K обчислюють за формулою:

$$K = \frac{C_0}{0,1},$$

де C_0 – справжня молярна концентрація розчину тіосульфату натрію, моль/дм³;

0,1 – номінальна молярна концентрація розчину тіосульфату натрію, моль/дм³ (н).

ДОДАТОК Е

(довідковий)

СХЕМА ПРОВЕДЕННЯ ВИПРОБУВАНЬ ВОДОРОЗЧИННИХ (засвоюваних) ФОСФАТІВ ТА ЇХ РОЗРАХУНКУ

1. Пробу ($5 \pm 0,0001$) г (m) розчиняють до 500 см^3 (V_2).

↓

2. Відбирають 25 см^3 V_5 і проводять реакції за п. 6.1. розділу «Визначення масової частки загальних фосфатів диференційним фотометричним методом». Отримують загальний об'єм розчину 100 см^3 .

↓

3. Відбирають об'єм розчину з урахуванням вмісту фосфатів (табл. 1), наприклад 2 або 5 см^3 V_1 .

↓

4. Проводять реакції згідно з п. 6.2, доводячи загальний об'єм розчину до 100 см^3 .

↓

5. За градувальним графіком знаходять показник m_1 .

$$X = \frac{m_1 \cdot V_2 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot V_3 \cdot 1000}$$

↓

6. Результат отримують у відсотках (г/100 г добрива).

Додаток Ж

(довідковий)

РЕЗУЛЬТАТИ МІЖЛАБОРАТОРНИХ ВИПРОБУВАНЬ

Міжлабораторні випробування проводилися за участю 7 лабораторій із застосуванням 3 різних типів добрив.

Кожен із зразків поширювався централізовано.

Результати випробувань наведено у цьому додатку. Збіжність і відтворюваність розраховувалися відповідно до стандарту ISO 5725-2.

**Ж1. Статистичні результати випробувань РКД
за вмістом амонійного азоту**

Зразки: 1 – NP 8:24; 2 – APP 10:34; 3 – NPK 3:18:18

Показник	Номер зразка		
	1	2	3
Кількість залучених лабораторій	7	7	7
Кількість лабораторій після виключення викидів (прийняті результати аналізу)	7	7	7
Кількість викидів	0	0	0
Середньоарифметичне значення \bar{X} , %	6,79	9,64	2,32
Стандартне відхилення збіжності S_r , %	0,09	0,09	0,1
Межа збіжності $r [r=2,8 \cdot S_r]$, %	0,24	0,25	0,29
Коефіцієнт варіації (CV) RSD_r , %	0,01	0,01	0,05
Стандартне відхилення відтворюваності S_R , %	2,77	0,6	0,25
Коефіцієнт варіації (CV) RSD_R , %	41	6	11
Межа відтворюваності $R [R=2,8 \cdot S_R]$, %	7,77	1,67	0,7

**Ж2. Статистичні результати випробувань РКД
за вмістом загальних фосфатів**

Показник	Номер зразка		
	1	2	3
Кількість залучених лабораторій	7	7	7
Кількість лабораторій після виключення викидів (прийняті результати аналізу)	7	7	7
Кількість викидів	0	0	0
Середньоарифметичне значення \bar{X} , %	18,22	30,1	20,47
Стандартне відхилення збіжності S_r , %	0,15	0,4	0,3
Межа збіжності $r [r=2,8 \cdot S_r]$, %	0,42	1,12	0,84
Коефіцієнт варіації (CV) RSD_r , %	0,01	0,01	0,01
Стандартне відхилення відтворюваності S_R , %	7,51	2,7	1,83
Коефіцієнт варіації (CV) RSD_R , %	41	9	9
Межа відтворюваності $R [R=2,8 \cdot S_R]$, %	21,03	7,56	5,13

**Ж3. Статистичні результати випробувань РКД
за вмістом загального калію**

Показник	Номер зразка
	3
Кількість залучених лабораторій	7
Кількість лабораторій після виключення викидів (прийняті результати аналізу)	7
Кількість викидів	0
Середньоарифметичне значення \bar{X} , %	18,41
Стандартне відхилення збіжності S_r , %	0,11
Межа збіжності $r [r=2,8 \cdot S_r]$, %	0,3
Коефіцієнт варіації (CV) RSD_r , %	0,01
Стандартне відхилення відтворюваності S_R , %	0,8
Коефіцієнт варіації (CV) RSD_R , %	4
Межа відтворюваності $R [R=2,8 \cdot S_R]$, %	2,23

**Ж4. Статистичні результати випробувань РКД
за вимірюванням рН**

Показник	Номер зразка		
	1	2	3
Кількість залучених лабораторій	7	7	7
Кількість лабораторій після виключення викидів (прийняті результати аналізу)	7	7	7
Кількість викидів	0	0	0
Середньоарифметичне значення \bar{X} , %	6,36	6,37	7,38
Стандартне відхилення збіжності S_r , %	0,04	0,04	0,03
Межа збіжності $r [r=2,8 \cdot S_r]$, %	0,12	0,11	0,08
Коефіцієнт варіації (CV) RSD_r , %	0,01	0,01	0
Стандартне відхилення відтворюваності S_R , %	2,59	0,38	0,23
Коефіцієнт варіації (CV) RSD_R , %	41	6	3
Межа відтворюваності $R [R=2,8 \cdot S_R]$, %	7,25	1,06	0,65

**Ж5. Статистичні результати випробувань РКД
за вимірюванням густини**

Показник	Номер зразка		
	1	2	3
Кількість залучених лабораторій	7	7	7
Кількість лабораторій після виключення викидів (прийняті результати аналізу)	7	7	7
Кількість викидів	0	0	0
Середньоарифметичне значення \bar{X} , %	1,075	1,321	1,401
Стандартне відхилення збіжності S_r , %	0,001	0,001	0
Межа збіжності $r [r=2,8 \cdot S_r]$, %	0,003	0,002	0,001
Коефіцієнт варіації (CV) RSD_r , %	0,001	0,001	0
Стандартне відхилення відтворюваності S_R , %	0,435	0,001	0,002
Коефіцієнт варіації (CV) RSD_R , %	40,41	0,10	0,18
Межа відтворюваності $R [R=2,8 \cdot S_R]$, %	1,217	0,004	0,007

**Ж6. Статистичні результати випробувань РКД
за вмістом водорозчинних фосфатів**

Показник	Номер зразка		
	1	2	3
Кількість залучених лабораторій	7	7	7
Кількість лабораторій після виключення викидів (прийняті результати аналізу)	7	7	7
Кількість викидів	0	0	0
Середньоарифметичне значення \bar{X} , %	17,25	29,41	19,29
Стандартне відхилення збіжності S_r , %	0,26	0,51	0,34
Межа збіжності $r [r=2,8 \cdot S_r]$, %	0,74	1,43	0,96
Коефіцієнт варіації (CV) RSD_r , %	0,01	0,02	0,02
Стандартне відхилення відтворюваності S_R , %	7,07	2,15	1,34
Коефіцієнт варіації (CV) RSD_R , %	41	7	7
Межа відтворюваності $R [R=2,8 \cdot S_R]$, %	19,79	6,01	3,74

**Ж7. Статистичні результати випробувань РКД
за вмістом засвоєваних фосфатів**

Показник	Номер зразка		
	1	2	3
Кількість залучених лабораторій	7	7	7
Кількість лабораторій після виключення викидів (прийняті результати аналізу)	7	7	7
Кількість викидів	0	0	0
Середньоарифметичне значення \bar{X} , %	19,79	29,4	19,86
Стандартне відхилення збіжності S_r , %	0,18	0,29	0,15
Межа збіжності r [$r=2,8 \cdot S_r$], %	0,51	0,82	0,42
Коефіцієнт варіації (CV) RSD_r , %	0,01	0,01	0,01
Стандартне відхилення відтворюваності S_R , %	1,19	2,57	1,51
Коефіцієнт варіації (CV) RSD_R , %	6	9	8
Межа відтворюваності R [$R=2,8 \cdot S_R$], %	3,33	7,19	4,22

Список використаних джерел

1. *ДСТУ 4077:2001*. Якість води. Визначання рН. Київ, 2001. 16 с.
2. *ДСТУ 7261:2012*. Продукти хімічні технічні. Методи визначення густини рідин. Київ, 2012. 13 с.
3. *ДСТУ 7270:2012*. Метрологія. Прилади зважувальні еталонні. Загальні технічні вимоги, порядок та методи атестації. Київ, 2012. 51 с.
4. *ДСТУ 7274:2012*. Хімічні реактиви. Реактиви, розчини для аналізу та матеріали допоміжні. Методи готування. Київ, 2012. 50 с.
5. *ДСТУ 8056:2015*. Реактиви та особливо чисті речовини. Методи готування розчинів індикаторів. Київ, 2015. 37 с.
6. *ДСТУ ISO 386:2018*. Термометри рідинні скляні лабораторні. Принципи проектування, конструкція та використання. Київ, 2018. 12 с.
7. *ДСТУ ISO 648:2015*. Посуд лабораторний скляний. Піпетки з однією позначкою. Київ, 2015. 8 с.
8. *ДСТУ ISO 649-2:2016*. Лабораторні вироби зі скла. Ареометри загальної призначеності. Частина 2. Методи випробування та використання. Київ, 2016. 9 с.
9. *ДСТУ EN ISO 835:2018*. Посуд лабораторний скляний. Піпетки мірні градуйовані. Київ, 20 с.
10. *ДСТУ ISO 1042:2005*. Посуд лабораторний скляний. Колби мірні з однією позначкою. Київ, 2005. 11 с.
11. *ДСТУ ISO 3696:2003*. Вода для лабораторного аналізу. Технічні вимоги і методи випробувань. Київ, 2003. 12 с.
12. *ДСТУ ISO 4787:2009*. Посуд лабораторний скляний. Посуд мірний. Методи використання та перевіряння місткості. Київ, 2009. 21 с.
13. *ДСТУ ISO 7109:2005*. Розчин аміаку технічний. Гравіметричний метод визначення залишку після випарювання за температури 105 °С (Арбітражний метод). Київ, 2005. 9 с.

14. *ДСТУ EN 1482-1:2017*. Добрива та вапняні матеріали. Метод відбирання та готування проб. Частина 1. Відбирання проб. Київ, 2017. 52 с.
15. *ДСТУ EN 1482-2:2013*. Добрива та вапнувальні матеріали. Відбирання та готування проб. Частина 2. Готування проб. Київ, 2013. 12 с.
16. *ДСТУ EN 12944-1:2005*. Добрива, вапнувальні матеріали та ґрунтові меліоранти. Словник термінів. Частина 1. Загальні терміни. Київ, 2005. 18 с.
17. *ДСТУ EN 12944-2:2005*. Добрива, вапнувальні матеріали та ґрунтові меліоранти. Словник термінів. Частина 2. Терміни, що стосуються добрив. Київ, 2005. 14 с.
18. *ДСТУ EN 15920:2015*. Добрива. Метод екстрагування фосфору, розчинного в 2 % лимонній кислоті. Київ, 2015. 7 с.
19. *ДСТУ EN 15958:2015*. Добрива. Метод екстрагування водорозчинного фосфору. Київ, 2015. 7 с.
20. *ДСТУ OIML R 111-1:2008*. Гирі класів точності E1, E2, F1, F2, M1, M1-2, M2, M2-3 і M3. Частина 1. Загальні технічні вимоги та методи випробування. Київ, 2008. 7 с.
21. *ДСТУ ГОСТ ИСО 5725-2:2005*. Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Частина 2. Основний метод визначення повторюваності і відтворюваності стандартного методу вимірювання. Київ, 2005. 57 с.
22. *ДСТУ ГОСТ 18481:2009*. Ареометри та циліндри скляні. Загальні технічні умови. Із змінами (Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия. С изменениями). Київ, 2009. 35 с.
23. *ГОСТ 30181:8-94*. Удобрения минеральные. Метод определения массовой доли аммонийного азота в сложных удобрениях (хлораминовый метод). Мінськ, 1994. 6 с.
24. *ГОСТ 20851.2:75*. Удобрения минеральные. Методы определения фосфатов. Москва, 1975. 22 с.
25. *ГОСТ 20851.3:75*. Удобрения минеральные. Методы определения содержания калия. Москва. 1975. 13 с.

НАУКОВЕ ВИДАННЯ

ЯЦУК Ігор Петрович
РОМАНОВА Світлана Адольфівна
НАУМЕНКО Андрій Степанович
ДМИТРЕНКО Ольга Василівна
ТРОЇЦЬКИЙ Михайло Олександрович
ЖУКОВА Ярослава Фрідріхівна
ЛИТВИНЕНКО Надія Михайлівна
МОЛДАВАН Ліля Павлівна
КОВАЛЬОВА Світлана Петрівна
РУБАН Ірина Михайлівна

РІДКІ КОМПЛЕКСНІ
ДОБРИВА:
РЕКОМЕНДАЦІЇ
з визначення основних
фізико-хімічних показників
(ТУ У 20.1-37040866-001:2019)

Редактор
Т. В. Пономарьова

Художнє оформлення та комп'ютерна верстка
І. Г. Хорошого

Підписано до друку 15.07.2020. Формат 60×84/16.
Папір офс. Гарнітура «Таймс». Друк офс.
Ум. друк. арк. 2,79. Обл.-вид. арк. 1,50.
Наклад 100 пр. Зам. № 15-20.

Державне видавництво «Аграрна наука» НААН
Свідоцтво про державну реєстрацію № 4116 від 21.07.2011 р.
вул. Васильківська, 37, Київ, 03022
Тел. (044) 257-85-27
e-mail: agrarnanauka@ukr.net

Віддруковано у друкарні ТОВ «Видавництво «Барми»
вул. Кирилівська, буд. 86, Київ, 04080
Тел. (067) 219-36-49