



## Рекомендации по использованию наиболее эффективных методов анализа содержания калия в хлоркалийевых (KCl) удобрениях

Международная ассоциация производителей удобрений (IFA)

Международная ассоциация производителей удобрений (IFA)  
28, rue Marbeuf - 75008 Paris - France  
Тел. +33 1 53 93 05 00 - Факс: +33 1 53 93 05 45/47 - ifa@fertilizer.org - www.fertilizer.org

Данные практические рекомендации были подготовлены и проверены рабочей группой IFA по приведению в соответствие выборочного исследования проб удобрений и методов их анализа. Членами этой группы являются представители глобальной индустрии производства удобрений.

Данный текст доступен для широкой публики и является справочным документом для сектора международной торговли удобрениями. Этот документ не должен рассматриваться в качестве международного стандарта. Он также не предназначен для замены ранее существовавших национальных и региональных нормативов и стандартов.

Рекомендации и справочные документы (на основе которых были подготовлены данные рекомендации) опубликованы на веб-сайте IFA ([www.fertilizer.org](http://www.fertilizer.org)). Они также могут быть получены по письменной просьбе, посланной в секретариат IFA.

*Авторское право © 2009 Международная ассоциация производителей удобрений  
Все права защищены*

# Содержание

Страница:

## Сводное резюме

1. Введение	1
2. Оценка методов, используемых на международном уровне	1
3. Наилучшие практические рекомендации	4
Приложение 1: Магрудер межлабораторные исследования, направленные на определение высококачественности калийных выборок, 2003-2008	6
Приложение 2: Сводная таблица методов определения содержания $K_2O$	7
Приложение 3: Кольцевые межлабораторные исследования в России и Белоруссии, 2004-2006	11
Приложение 4: SPPA программа обмена исследуемых образцов, 2003-2008	12
Список литературы	13

## Сводное резюме

Рабочая группа IFA по приведению в соответствие выборочного исследования проб удобрений и методов их анализа, проведя оценку глобальных общепринятых методов исследования содержания калия в хлоркалийевых (KCl) удобрениях, установила, что метод тетрафенил-бор (**tetraphenylboron**) в его двух вариациях (гравиметрической и титриметрической) является наиболее широко применяемым и обладает наилучшей исследовательской методологией для применения в международной торговле удобрениями.

Следующие факторы были приняты во внимание при подготовке рекомендаций для данной индустрии:

- Метод тетрафенил-бор (tetraphenylboron) широко используется на большинстве рынков. Его эффективность регулярно проверялась с помощью крупномасштабных межлабораторных исследований;
- Было доказано, что данная методология статистически обоснована и неизменно предоставляет правильные и точные результаты. Она является наиболее распространённым методом для многих лабораторных квалификационных программ;
- Использование метода тетрафенил-бор (tetraphenylboron) является относительно несложным и экономически эффективным. Необходимое лабораторное оборудование требует употребления относительно недорогих и безопасных реагентов, что способствует быстрому внедрению данного метода на глобальных рынках.

## 1. ВВЕДЕНИЕ

В ходе первой стадии проверки методов, рабочая группа IFA по приведению в соответствие методов решила определить качество методов, используемых для определения содержания калия (в виде  $K_2O$ ) в хлоркалийевых удобрениях (KCl) на мировых рынках.

В результате этого исследования, 26 индивидуальных методов были идентифицированы как производные от шести основных методологий:

1. Тетрафенил-бор (tetraphenylboron) (STPB)
2. Рентгеновская спектрометрия
3. Фотометрия пламени
4. Атомная абсорбционная спектрометрия (AAS)
5. Перхлорат
6. Оптическая эмиссионная спектрометрия индуктивно сопряжённой плазмы (ICP-OES)

Рабочая группа IFA проверила качество этих базовых методологий, используя установленный набор критериев, позволяющих провести объективную оценку. В результате, данная рабочая группа разработала ранговый список методов и подготовила рекомендации по их наиболее эффективному использованию.<sup>1</sup>

## 2. ОЦЕНКА МЕТОДОВ, ИСПОЛЪЗУЕМЫХ НА МЕЖДУНАРОДНОМ УРОВНЕ

### 2.1 Современный статус методологии

Оценка областей шести методов представлена в Таблице 1.

Таблица 1

Группа	Метод	Самостоятельное подразделение или национальный представитель
Тетрафенил-бор (tetraphenylboron) (STPB)	Гравиметрический	ISO 5318, STO SPEKS, EN15477:2009
	Титриметрический	ISO 5310, AOAC 958.02
Фотометрия пламени	Оксалат	AOAC 983.02 a
	Цитрат	AOAC 983.02 b
ICP-OES	Цитрат	не применим к данному случаю
	Оксалат	не применим к данному случаю
Атомная абсорбционная спектрометрия (AAS)	Оксалат	не применим к данному случаю
Рентгеновская спектрометрия	Флуоресценция	не применим к данному случаю
Перхлорат	Перхлорат	STO SPEKS

Важно отметить, что только методы тетрафенил-бор (tetraphenylboron), фотометрия пламени и перхлорат в настоящее время одобряются официально признанными национальными или региональными органами.

<sup>1</sup> Для более подробной информации об оценочных критериях методов, о процессах определения ранга методов и об обсуждениях рабочей группы IFA, пожалуйста, посетите интернетную страницу по приведению в соответствие (Harmonization) на [www.fertilizer.org](http://www.fertilizer.org).

## 2.2 Статистическая оценка

Методы, проверенные с помощью AOAC, ISO, SPEKS и CEN подразумевают расчеты метрологических характеристик, таких как показателей точности (безошибочности) метода,  $\sigma$  (внутри-лабораторной повторяемости),  $R$  (межлабораторной воспроизводимости) и  $\Delta$  (ошибки или безошибочности). Такие показатели предлагаются программами выборочной проверки, предоставляемыми Магрудер (Magruder) и Саскачеван ассоциацией производителей хлористого калия (Saskatchewan Potash Producers Association (SPPA)). В других непроверенных программах исследования методов предоставляются лишь данные по  $R$  и в некоторых случаях - данные по  $\sigma$ . Для сравнения было определено качество шести групп методов, которые используют только данные  $R$ . Приложение 1 сопоставляет значения  $R$  для разных методов, давая оценку от наименее эффективного до наиболее эффективного (от низшего к высшему).

### Тетрафенил-бор (tetraphenylboron) (STPB)

Следует отметить, что математический расчет метрологических характеристик, используемых в Северной Америке, отличается от расчёта по метрологическим стандартам ISO 5725.

В 2008 году ВНИИ Халурги (русский научно-исследовательский институт Халурги в Санкт-Петербурге) начал исследование, сравнивающее точность показателей двух вариантов тетрафенил-бор (tetraphenylboron) метода (гравиметрического и титриметрического). Исследование использовало статистический анализ и программу измерения, определяющую метрологические показатели  $\sigma$ ,  $R$  и  $\Delta$ , предлагаемые SPPA титриметрическим тетрафенил-бор (tetraphenylboron) методом, на основе ISO 5725 раздела 1-6 (KCI 95% - 98%).<sup>2</sup>

Результаты, представленные в таблице 2, показывают, что методы являются сопоставимыми.

Таблица 2

ISO 5725 показатели	Титриметрический тетрафенил-бор метод (SPPA)	Гравиметрический тетрафенил-бор метод, сертификат аттестации, STO SPEKS
$\sigma$	0.2	0.4
$R$	1.2	1.0
$\Delta$	0.8	0.7

SPPA также провела межлабораторное тестирование с использованием объемного тетрафенил-бор (tetraphenylboron) метода. Сорок два образца были исследованы в десяти лабораториях, что свидетельствует о высоком уровне точности (Приложение 4). Другие калийные предприятия и исследовательские центры в России и Белоруссии также провели дальнейшие крупномасштабные межлабораторные испытания с использованием тетрафенил-бор (tetraphenylboron) метода (Приложение 3).

В январе 2009 года Европейский комитет по стандартизации (ЕКС) пустил в обращение STPB гравиметрический метод для определения содержания растворимого в воде калия в удобрениях. Межлабораторный тест был использован для определения точности метода. Результаты  $\sigma$  и  $R$  оказались схожими с результатами, представленными SPPA и SPEKS методами (представленными в таблице 2).

### Пламенно-фотометрический метод

Метод пламенно-фотометрического анализа широко используется в сельскохозяйственной химии во всем мире, особенно для проверки качества комплексных удобрений NPK. Точностные характеристики, продемонстрированные выборочной проверкой с помощью программы Магрудер (Magruder), показали, что этот метод является менее точным по сравнению с тетрафенил-бор (tetraphenylboron) методом.

<sup>2</sup> Более подробные выводы о тестировании калия предоставлены на [www.magruderchecksample.org](http://www.magruderchecksample.org).

## AAS, ICP-OES

Исследования опытных образцов по программе Магрудер, проведенной в Северной Америке, показывают, что этот метод является менее точным, чем группа тетрафенил-бор (tetraphenylboron) методов.

### Рентгеновская спектрометрия и перхлорат

Данные по точности и безошибочности этих методов отсутствуют.

## Резюме статистической оценки

Как уже упоминалось выше, методы ратифицированные AOAC, ISO, SPEKS и SEN включают расчеты метрологических характеристик, таких как  $\sigma$  (внутри-лабораторная повторяемость),  $R$  (межлабораторная воспроизводимость) и  $\Delta$  (ошибка или безошибочность). Эти данные имеются в каждой организации.

Эти данные наглядно демонстрируют, что по точностным характеристикам тетрафенил-бор (tetraphenylboron) метод превосходит другие методы анализа.

## 2.3 Оценка правильности полученных результатов

Все типы методов регулярно проверяются на правильность их результатов с помощью исследования опытных образцов и межлабораторных испытаний.

## 2.4 Диапазон / применимость

По определению, матрица для хлористого калия, используемого для удобрений, ограничена до 99% растворимых хлоридов и 0-1% растворимых в воде составов, таких как ангидрит, доломит, смектит и оксид железа.

## 2.5 SHE оценочная матрица

Группа	Метод	Риск для безопасности *	Экологический риск**
STPB	Гравиметрический	низкий	низкий
	Титриметрический	низкий, высокий при использовании формальдегида	низкий, высокий при использовании формальдегида
Фотометрия пламени	Оксалат / Цитрат	высокий, высокий при сжатом газе, возможность взрыва	низкий
ICP-OES	Оксалат / Цитрат	умеренный, сжатый газ, умеренный, асфиксия	низкий
Атомная абсорбционная спектрометрия	Оксалат	высокий, сжатый газ, высокий, возможность взрыва	низкий
Рентгеновская спектрометрия	Флуоресценция	умеренный, асфиксия, умеренный, ионизирующее излучение	низкий
Перхлорат		высокий, окислитель	высокий, возможность токсичности

\* Безопасность: присутствие умеренного или высокого риска требует дополнительного технического контроля и мер по обеспечению безопасности

\*\* Экология: реагенты и отходы

### Метод перхлорат

Метод перхлорат обладает одним существенным недостатком, который заключается в применении токсичного реагента - соляной кислоты, что приводит к образованию окислителей (перхлоратов). Использование этого метода не рекомендуется из-за его вредоносного влияния на экологию и здоровье.

## Меры предосторожности

Безопасность является чрезвычайно важным аспектом любой лабораторной деятельности. Таким образом, должное внимание должно уделяться обеспечению безопасности лабораторных процедур, использующих такие средства как жидкостная химическая обработка, пламенная атомная абсорбция, и спектрофотометры индуктивно связанной плазмы (ICP). Возможность возникновения высокого и умеренного риска, как определяется матрицей SHE, можно значительно понизить. Для этого надо внедрять точные и документированные программы действия на рабочем месте и иметь квалифицированный лабораторный персонал. Экипировка современных технологий часто бывает оснащена дополнительно встроенными защитными мерами для обеспечения безопасности.

Правильные методы обеспечения безопасности должны, в принципе, быть неотъемлемой частью всех лабораторных процедур и использования оборудования. При правильном применении, они обеспечивают безопасность при обработке токсичных химических веществ, таких как формальдегид. Современные приборы для атомной абсорбции обладают встроенными мерами для более эффективного обеспечения безопасности. Эти меры включают детекторы утечки газа и индикаторы нарушения герметичности, если газы смешиваются неправильно. При работе с индуктивно связанной плазмой (ICP) и при инертных утечках газа, датчики содержания газа могут обеспечить защиту атмосферного воздуха, что в свою очередь обеспечивает защиту здоровья рабочих.

## **2.6 Использование и общее признание**

Все проанализированные методы являются широко принятыми и широко применяемыми. Использование метода STPB наиболее распространено. Этот метод употребляется во всех странах - производителях хлористого калия, за исключением одной. Он также используется в большинстве стран и регионов, являющихся крупнейшими потребителями поташа.

## **2.7.1 Потребность во времени**

Не существует никаких данных о времени, необходимом для проведения тестирования методов, перечисленных в приложении 1. В некоторых случаях, необходимо проводить параллельные тесты для г (повторяемости), чтобы продемонстрировать допустимую разницу (в абсолютных процентах) в значениях, полученных с помощью параллельных тестов. При использовании некоторых методов, измерения проводятся автоматически, в то время как подготовка проб производится вручную. В связи с этим, методы не могут быть должным образом оценены, используя критерий времени.

## **2.8-9. Сложность и стоимость**

Сложность использования метода и его стоимость определяются рядом факторов, которые включают первоначальные капиталовложения, трудовые затраты и цены на сырьё, количество тестов и продолжительность тестирования, а также квалификационные требования к лабораторным исследователям. Поскольку эти факторы различны в различных лабораториях, данные методы не могут быть должным образом оценены, используя этот критерий.

## **2.10. Динамический диапазон**

Было установлено, что калибровочные кривые, разведения и чувствительность являются приемлемыми для уровня нутриентов.

## **3. НАИЛУЧШИЕ ПРАКТИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ**

Рабочая группа IFA по приведению в соответствие методов, проанализировав качество методологий для определения содержания калия, предоставляет следующие заключения:

1. После сравнения шести основных аналитических методологий, тетрафенил-бор (tetraphenylboron) метод (как в своей гравиметрической так и в титриметрической вариации) рекомендуется как наиболее эффективный и предпочтительный метод определения содержания калия.

2. Тетрафенил-бор (tetraphenylboron) метод широко используется во всем мире и обладает данными, исходящими из кольцевых тестов (межлабораторных исследований). В периоде между 2003 и 2008 годами, в Северной Америке, России, Белоруссии и в Европе проводились крупномасштабные межлабораторные испытания гравиметрической и титриметрической вариаций. Данные результаты кольцевых тестов (межлабораторных исследований) предоставили достаточные и объективные доказательства того, что эти варианты являются адекватными и предпочтительными методами контроля. STPB методология не требует дополнительных данных кольцевых тестов для проверки методов.
3. Рабочая группа IFA по приведению в соответствие методов считает, что при отсутствии серьезного риска для безопасности, экологии и здоровья, а также расходов, связанных с ранее пречисленными рисками, такие критерии как "статус методологии" и "статистическая оценка" будут считаться наиболее важными при определении ранга метода.
4. В случае, если в данное время на определенном рынке не используются STPB гравиметрические и титриметрические вариации, рекомендуется заключить договор о сотрудничестве с независимой контролирующей организацией, которая сможет провести квалифицированный STPB анализ.
5. Методы STPB были введены в качестве международных стандартов ISO 5318 и CEN EN 15477 (гравиметрический) и ISO 5310 (титриметрический). Статус тетрафенил-бор (tetraphenylboron) метода является самым высоким по сравнению с другими пятью базовыми методами.
6. Рабочая группа IFA по приведению в соответствие методов рекомендует, что с целью обеспечения получения последовательных и надежных результатов, все лаборатории должны следовать "Руководящим принципам IFA по обеспечению лабораторного качества" (IFA Laboratory Quality Assurance Guidelines).

Приложение 1

**Статистические результаты Магрудер (Magruder) межлабораторных исследований, направленных на определение высококачественности калийных выборок, > 60% K<sub>2</sub>O с 2003 по 2008 год**

Номер выборки	200804		200512		200310		200306		Среднее стандартное отклонение R
	Используемый метод	Номер анализа	Среднее стандартное отклонение R	Номер анализа	Среднее стандартное отклонение R	Номер анализа	Среднее стандартное отклонение R	Номер анализа	
STPB Оксалат	15	0.34	17	0.44	21	0.52	21	0.67	0.51
Фотометрия пламени Оксалат	4	1.12	4	1.34	6	0.28	6	0.43	0.71
Фотометрия пламени Цитрат	8	0.78	7	1.19	6	1.10	6	0.82	0.97
ICP-OES Цитрат	9	0.86	4	1.16	7	1.49	6	0.71	1.04
ICP-OES Оксалат	6	1.15	5	1.56	7	0.67	6	0.98	1.05
AAS Оксалат	9	0.99	12	2.02	12	1.57	12	1.09	1.45
Рентгеновская спектрометрия	Данные отсутствуют								
Перхлорат	Данные отсутствуют								

Приложение 2

Сводная таблица методов определения содержания  $K_2O$  калия, поставляемого в различных странах

Методы / оценочные критерии	Тетрафенил-бор (tetraphenylboron) метод	Метод расчета (различительный)	Рентгеновская спектрометрия	Фотометрия пламени	Атомная абсорбционная спектрометрия	Метод перхлорат	(ICP-OES)
Статус метода	<p><b>ЕС:</b> региональный стандарт CEN / TS 15477</p> <p><b>ЕС:</b> региональный стандарт - регламент (Европейского экономического сообщества) 2003/2003 dd. от 13 октября 2003 по удобрениям, метод 4.1</p> <p><b>Россия / Белоруссия:</b> GOST 20851.3-93 (CIS); региональный стандарт STO SPEKS 004-2006</p> <p><b>Китай:</b> национальный стандарт GB 6549-1996</p> <p><b>Германия:</b> VDLUFA 5.2.1</p> <p><b>Канада / США:</b> SPPA "Стандартные аналитические процедуры". Версия 1.1, июль 1996 года. Калий в KCl. AOAC: "Официальные методы анализа", 1990. 15-е издание, 958,02</p> <p><b>США:</b> Калий в KCl. AOAC: "Официальные методы анализа", 1990. 15-е издание, 969.04</p> <p><b>Бразилия:</b> нормативные правила ANDA</p> <p><b>Иордания:</b> APC стандартные операционные процедуры (на основе AOAC 1970)</p>	<p><b>Россия / Белоруссия:</b> региональный стандарт STO SPEKS 004-2006</p> <p><b>Канада:</b> SPPA "Стандартные аналитические процедуры". Версия 1.1: январь 2000 "Калий в светлых нефтепродуктах"</p> <p><b>Израиль:</b> информация отсутствует</p>	<p><b>Канада:</b> "SPPA стандартные аналитические процедуры тестирования", версия 1.0; ноябрь 2006 года. Калий и рентгеновская флуоресценция (XRF), практическая рентгеновская спектрометрия, 2-е издание, Р. Дженкинс и ИЛ Де Фрис (Potassium by XRF, Practical X-ray Spectrometry, 2nd edition, R. Jenkins &amp; J. L. De Vries); Введение в рентгеновскую спектрометрию, Р. Дженкинс (An Introduction to X-ray Spectrometry, R. Jenkins)</p>	<p><b>Бразилия:</b> нормативные правила ANDA</p> <p><b>США:</b> AOAC официальный метод 983,02 Калий в удобрениях - пламенно-фотометрический метод (ручной способ или автоматический способ) первый процесс 1983, завершающий процесс 1985</p> <p><b>США:</b> AOAC официальный метод 955.06 Калий в удобрениях - пламенно-фотометрический метод первый процесс 1955</p> <p><b>Малайзия:</b> Малайзийский Стандарт MS Стандарт 417, часть 5, 1994 ("Анализ удобрений", часть</p>	<p><b>Чили:</b> отсутствует в наличии</p> <p><b>США:</b> AA оксалат</p>	<p><b>Россия / Белоруссия:</b> региональный стандарт STO SPEKS 004-2006</p> <p><b>Индия:</b> "Приказ о контроле удобрений", 1985</p> <p><b>Израиль:</b> "Мертвое море – работы", процедура № 16.13.47</p>	<p><b>США:</b> ICP цитрат</p> <p><b>Германия:</b> VDLUFA 5.2.3</p>

	<p><b>Индия:</b> "Приказ о контроле удобрений", 1985</p> <p><b>Чили:</b> АОАС:958.02</p>			<p>5: "Метод определения калия - первая редакция"). Метод пламенной фотометрии для определения содержания <math>K_2O</math> в готовой продукции</p>			
				<p><b>Кения:</b> национальный стандарт KS 350:2007 ICS 65,080</p> <p><b>Израиль:</b> информация отсутствует</p>			
<p>Метрологическая оценка <math>r</math>, <math>R</math>, <math>\Delta</math> _</p>	<p><b>ЕС:</b> EN 15477:2009 - <math>r</math> и <math>R</math> приведены только для двух концентраций, 16% и 24% <math>K_2O</math></p> <p><b>ЕС:</b> 2003/2003 – метрологическая оценка отсутствует</p> <p><b>Россия / Белоруссия:</b> <math>r</math>, <math>R</math>, <math>\Delta</math> приведены для всего диапазона</p> <p><b>Китай:</b> приводится одно значение <math>r</math>, 95% <math>KCl</math></p> <p><b>Германия:</b> <math>r = 0.11\%</math>, <math>R = 0.40\%</math>, <math>\Delta</math> оценка отсутствует</p> <p><b>Канада / США:</b> АОАС: 958.02 – <math>r = 0.16\%</math>, <math>R = 0.51\%</math>, <math>\Delta</math> не приводится</p> <p><b>США:</b> АОАС: 969.04: метрологическая оценка отсутствует</p> <p><b>Бразилия, Чили, Индия, Иордания:</b> метрологическая оценка отсутствует</p>	<p><b>Россия / Белоруссия:</b> метрологическая оценка предоставляется для всех диапазонов и компонентов, подлежащих измерению (<math>NaCl</math>, <math>MgCl_2 \cdot 6H_2O</math>, <math>CaSO_4</math>, нерастворимый остаток, <math>H_2O</math> и т.д.)</p> <p><b>Canada:</b> метрологическая оценка: <math>r \leq 0.10\% K_2O</math></p>	<p>Метрологическая оценка: <math>r \leq 0.10\% K_2O</math></p>	<p><b>Бразилия:</b> метрологическая оценка отсутствует</p> <p><b>США:</b> АОАС 983.02 – <math>r = 0.41\%</math>, <math>R = 0.85\%</math>, <math>\Delta</math> не приводится</p> <p><b>США:</b> АОАС 955.06,</p> <p><b>Кения, Малайзия:</b> Отсутствуют метрологические данные</p>	<p><b>США:</b> AA оксалат <math>r = 0.70\%</math>, <math>R = 1.45\%</math>, <math>\Delta</math> не приводится</p>	<p><b>Россия / Белоруссия:</b> произведена метрологическая оценка</p> <p><b>Индия:</b> Метрологическая оценка отсутствует</p> <p><b>Израиль:</b> Метрологическая оценка отсутствует</p>	<p><b>США:</b> цитрат ICP – <math>r = 0.37\%</math>, <math>R = 1.04\%</math>, <math>\Delta</math> отсутствует</p> <p><b>Германия:</b> Метрологическая оценка отсутствует</p>

Определение правильности полученных результатов	<p><b>ЕС:</b> EN 15477:2009 – производится проверка полученных результатов</p> <p><b>Россия / Белоруссия:</b> правильность проверяется на основе национальных стандартов КСІ</p> <p><b>Китай, Германия, ЕС:</b> 2003/2003 – правильность полученных результатов не проверяется</p>	<p><b>Россия / Белоруссия:</b> правильность проверяется на основе национальных стандартов КСІ</p> <p><b>Канада:</b> внутрилабораторная и межлабораторная проверка точности</p>	Правильность полученных результатов должна быть в диапазоне 1,5 стандартного отклонения от данного общего среднего значения	<p><b>Бразилия, США:</b> АОАС 983.02, 955.06</p> <p><b>Кения, Малайзия:</b> правильность полученных результатов не проверяется</p>	Неизвестно	<p><b>Россия / Белоруссия:</b> правильность проверяется на основе национальных стандартов КСІ</p> <p><b>Индия:</b> правильность полученных результатов не проверяется</p>	<p><b>США:</b> Неизвестно</p> <p><b>Германия:</b> правильность полученных результатов не проверяется</p>
	<p><b>Канада / США:</b> АОАС: 958.02 – правильность полученных результатов должна быть в диапазоне 1,5 стандартного отклонения от данного общего среднего значения</p> <p><b>Бразилия, Чили, Индия, Иордания, США:</b> 969.04: правильность полученных результатов не проверяется</p>					<p><b>Израиль:</b> правильность полученных результатов не проверяется</p>	
Диапазон / применимость	<p><b>ЕС:</b> EN 15477:2009, <b>ЕС2003/2003, Индия, Иордания:</b> 0-99% КСІ</p> <p><b>Россия / Белоруссия:</b> 92-99% КСІ</p> <p><b>Китай:</b> 95% КСІ</p> <p><b>Германия:</b> ~60% К<sub>2</sub>О</p> <p><b>Канада / США:</b> SPPA – 58-63 % К<sub>2</sub>О</p> <p><b>Канада / США:</b> АОАС: 958.02 &amp; 969.04 – 2-63 % К<sub>2</sub>О</p> <p><b>Чили:</b> 2-63% К<sub>2</sub>О</p>	<p><b>Россия / Белоруссия:</b> 92-99% КСІ</p> <p><b>Канада:</b> &gt; 62% К<sub>2</sub>О</p>	58-62% К <sub>2</sub> О	<p><b>Бразилия, Кения, Малайзия, США:</b> АОАС 983.02, АОАС 955.06: ≤ 63% К<sub>2</sub>О</p>	<b>США:</b> 2-63% К <sub>2</sub> О	<p><b>Россия / Белоруссия:</b> 92-99% КСІ</p> <p><b>Индия:</b> не предоставляется, но предполагается 95-99% КСІ</p> <p><b>Израиль:</b> 96-99% КСІ</p>	<p><b>США:</b> ICP цитрат – 2-63 % К<sub>2</sub>О</p> <p><b>Германия:</b> 0.5-63% К<sub>2</sub>О</p>

Здоровье / экология	Меры обеспечения безопасности, химические лаборатории не должны использовать особо токсичные реагенты	Меры обеспечения безопасности, химические лаборатории не должны использовать особо токсичные реагенты	Требования безопасности для химических лабораторий. Специальные меры предосторожности необходимы в связи с применением рентгеновского оборудования	Меры обеспечения безопасности для химических лабораторий при использовании сжатых огнеопасных газов	Меры обеспечения безопасности для химических лабораторий Специальные меры предосторожности необходимы в связи с применением ААС	Меры обеспечения безопасности для химических лабораторий Специальные меры предосторожности необходимы в связи с применением HClO <sub>4</sub> (сильная кислота) <b>Индия:</b> Применение CH <sub>3</sub> OH (яд) предусмотрено	Меры обеспечения безопасности для химических лабораторий при использовании и ICP-OES
Использование и общее признание	Да	Да	Нет	Да	Нет	Да	Нет
Потребность во времени	Данные отсутствуют	Данные отсутствуют	Данные отсутствуют	Данные отсутствуют	Данные отсутствуют	Данные отсутствуют	Данные отсутствуют
Уровень сложности	Регулярный метод химического анализа	Регулярный метод химического анализа	Инструментальный метод анализа. Сложный (используется прессинг KCl)	Инструментальный метод анализа	Инструментальный метод анализа Сложный	Регулярный метод химического анализа	Инструментальный метод анализа Сложный
Стоимость / наличие	Стандартная лабораторная	Стандартная лабораторная	Требуется специальное оборудование	Требуется специальное оборудование	Требуется специальное оборудование – АА спектрофотометр. Относительно дорогой	Стандартная лабораторная	Требуется специальное оборудование - оптический эмиссионный спектрометр с индуктивно-связанной плазмой. Относительно дорогой
Динамический диапазон	Соответствующий	Соответствующий	Соответствующий	Соответствующий	Соответствующий	Соответствующий	Соответствующий

**Кольцевые межлабораторные исследования в России и Белоруссии, 2004-2006 годы:  
расчет характеристик ошибки для измерения массовой доли калия  
(гравиметрический метод тетрафенил-бор (tetraphenylboron))**

**Результаты компьютерного расчета точных характеристик для стандартных образцов хлористого калия, 92-98%**

Уровень J	y//	S2r	S2L	S2R	Sr	SR	r	R
1	92.57	0.031278	0.025034	0.056312	0.1769	0.2373	0.5	0.7
2	93.19	0.028703	0.029494	0.058197	0.1694	0.2412	0.5	0.7
3	93.59	0.028185	0.264785	0.292970	0.1679	0.5413	0.5	1.5
4	96.06	0.027970	0.124137	0.1521067	0.1672	0.3900	0.46	1.08
5	98.75	0.015272	0.099708	0.1149800	0.1236	0.3391	0.34	0.94

**Однородность дисперсии в соответствии с критерием Кочран (Cochran):**

							V=5 f=5	
S2r	вычисления C =	0.238			S2R	вычисления C =	0.434	
	таблицы C =	0.544				таблицы C =	0.544	
	Sr =	0.1621		r =	0.4			
	SR =	0.3673		R =	1.0			

**Стандартное отклонение для 39 выборок хлористого калия (>60 % K<sub>2</sub>O),  
проанализированных при помощи SPPA программы обмена образцов (SPPA  
Sample Exchange Programme) с 2003 по 2008 год**

Идентификатор выборки	Идентификатор выборки	Идентификатор выборки	Стандартное отклонение
K-312	0.249	K-338	0.235
K-313	0.086	K-339	0.192
K-314	0.094	K-340	0.111
K-318	0.098	K-341	0.128
K-319	0.071	K-342	0.200
K-320	0.156	K-343	0.363
K-324	0.346	K-345	0.298
K-325	0.381	K-346	0.201
K-326	0.323	K-347	0.172
K-327	0.205	K-349	0.270
K-328	0.136	K-351	0.184
K-329	0.088	K-352	0.177
K-330	0.199	K-353	0.156
K-331	0.167	K-354	0.094
K-332	0.143	K-355	0.106
K-333	0.181	K-356	0.086
K-334	0.156	K-357	0.138
K-335	0.159	K-358	0.099
K-336	0.280	K-359	0.136
K-337	0.140	<b>среднее'</b>	<b>0.183</b>

## Список литературы

1. Magruder Check Sample Programme; North America, [www.magruderchecksample.org](http://www.magruderchecksample.org); 2003-2008.
2. Saskatchewan Potash Producers Association (SPPA) Round Robin Programme; Saskatchewan Potash Producers Association, Canada; 2003-2008.
3. International Fertilizer Industry Association (IFA) Laboratory Quality Assurance Guidelines; Paris, France; [www.fertilizer.org](http://www.fertilizer.org); September 2009.
4. European Committee for Standardization (CEN), <http://www.cen.eu/cenorm/homepage.htm>; Brussels, Belgium; January 2009.