

تماس تلفنی جهت دریافت مشاوره:

۱. مشاور دفتر تهران (آقای محسن ممیز)

۰۹۱۲ ۹۶۳ ۹۳۳۶

۲. مشاور دفتر اصفهان (سرکار خانم لیلا ممیز)

۰۹۱۳ ۳۲۲ ۸۲۵۹

مجموعه سیستم مدیریت ایزو با هدف بهبود مستمر عملکرد خود و افزایش رضایت مشتریان سعی بر آن داشته، کلیه استانداردهای ملی و بین المللی را در فضای مجازی نشر داده و اطلاع رسانی کند، که تمام مردم ایران از حقوق اولیه شهروندی خود آگاهی لازم را کسب نمایند و از طرف دیگر کلیه مراکز و کارخانه جات بتوانند به راحتی به استانداردهای مورد نیاز دسترسی داشته باشند.

این موسسه اعلام می دارد در کلیه گرایشهای سیستم های بین المللی ISO پیشگام بوده و کلیه مشاوره های ایزو به صورت رایگان و صدور گواهینامه ها تحت اعتبارات بین المللی سازمان جهانی IAF و تامین صلاحیت ایران می باشد.

هم اکنون سیستم خود را با معیارهای جهانی سازگار کنید...





جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۲۲۱۸۹

چاپ اول

۱۳۹۶

INSO

22189

1st.Edition

2017

**Identical with
ISO 15959:2016**

کودها – اندازه گیری فسفر استخراج شده

**Fertilizers — Determination of
extracted phosphorus**

ICS: 65.080

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹ تهران - ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۳۱۵۸۵-۱۶۳ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.org.ir

وبگاه: <http://www.isiri.gov.ir>

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No.2592 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@isiri.org.ir

Website: <http://www.isiri.gov.ir>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادها در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، واسنجی وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2- International Electrotechnical Commission

3- International Organization for Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4-Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«کودها – اندازه گیری فسفر استخراج شده»

سمت و/یا محل اشتغال:

هیئت علمی دانشگاه آزاد اسلامی واحد اهواز

رئیس:

محمدی، محمدکاظم
(دکتری شیمی آلی)

دبیر:

یزدان پاک، آناهیتا
(دکتری گیاه پزشکی)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

امیری، عزیزالله
(کارشناسی ارشد گیاه پزشکی)

بصیرت، سید علی
(کارشناسی ارشد مهندسی کشاورزی)

بینایی، حمید
(کارشناسی شیمی)

توکلی، هامان
(دکتری شیمی معدنی)

تسلیمی، علی
(کارشناسی ارشد مهندسی کشاورزی)

جاویدی صباغیان، علی
(دکتری شیمی آلی)

حسامی، شهرام
(دکتری حشره شناسی)

دهقانیان، مرّده
(کارشناسی مهندسی بیوتکنولوژی)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

سمت و/یا محل اشتغال:

رضوی زادگان، مریم (کارشناسی ارشد صنایع غذایی)	کارشناس کنترل کیفیت شرکت فارس رعنا (ارژن)
قاسمی، محمد مهدی (دکتری آبیاری)	رئیس سازمان جهاد کشاورزی استان فارس
غلامی، مرضیه کارشناسی ارشد خاک شناسی	کارشناس فنی آزمایشگاه زاگرس آب شناس
غیاثی، محمد مهدی (کارشناسی ارشد توسعه روستایی)	مسوول دفتر محیط زیست و سلامت غذا جهاد کشاورزی استان فارس
گلکاری، مسیح (کارشناسی ارشد مهندسی پلیمر)	مدیر کنترل کیفیت کارخانه کمپوست شهرداری شیراز
معاف پوریان، غلامرضا (دکتری خاک شناسی)	هیئت علمی مرکز تحقیقات جهاد کشاورزی استان فارس
محمدی، امیر (کارشناسی مهندسی شیمی)	کارشناس شرکت آریا برهان متین
میرزایی، مصطفی (دکتری گیاه پزشکی)	هیئت علمی مرکز تحقیقات گیاه پزشکی کشور
<u>ویراستار:</u>	
فتاحی نیا، مهناز (کارشناسی ارشد شیمی)	کارشناس شرکت خوزستان پژوهش گستر بردیا

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ز	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصطلاحات و تعاریف
۱	۴ اصول آزمون
۲	۵ نمونه برداری و آماده سازی نمونه
۲	۶ مواد و / یا واکنشگرها
۳	۷ وسایل
۴	۸ روش اجرای آزمون
۶	۹ محاسبات و بیان نتایج
۷	۱۰ دقت
۸	۱۱ گزارش آزمون
۹	پیوست الف (آگاهی دهنده) نتایج آزمون درون آزمایشگاهی
۱۱	کتاب نامه

پیش‌گفتار

استاندارد « کودها- اندازه‌گیری فسفر استخراج شده» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی/منطقه‌ای به عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره شده در مورد الف، بند ۷، استاندارد ملی شماره ۵ تهیه و تدوین شده، در هشتاد و یکمین اجلاس کمیته ملی استاندارد کودها و سموم مورخ ۲۰/۰۶/۱۳۹۶ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها ارائه شود، در هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط، مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد ملی بر مبنای پذیرش استاندارد بین‌المللی زیر به روش «معادل یکسان» تهیه و تدوین شده و شامل ترجمه تخصصی کامل متن آن به زبان فارسی می‌باشد و معادل یکسان استاندارد بین‌المللی مزبور است:

ISO 15959: 2016, Fertilizers — Determination of extracted phosphorus

کودها - اندازه‌گیری فسفر استخراج شده

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روش اندازه‌گیری فسفر در ترکیبات استخراج شده از کود است. این استاندارد برای اندازه‌گیری شکل‌های مختلف فسفر مانند فسفر محلول در اسیدهای معدنی، فسفر محلول در آب، فسفر محلول در محلول‌های آمونیوم‌سیترات، فسفر محلول در سیتریک اسید ۲٪ و فسفر محلول در فرمیک اسید ۲٪، کاربرد دارد.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت الزامی به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام آور است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

2-1 EN 1482-2, Fertilizers and liming materials — Sampling and sample preparation — Part 2: Sample preparation

2-2 EN 12944-1, Fertilizers and liming materials and soil improvers — Vocabulary — Part 1: General terms

2-3 EN 12944-2, Fertilizers and liming materials and soil improvers — Vocabulary — Part 2: Terms relating to fertilizers

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف ارائه شده در استانداردهای EN12944-1 و EN12944-2 به کار می‌رود.

۴ اصول آزمون

پس از آبکافت احتمالی، فسفر در محیط اسیدی به شکل کینولین فسفومولیدات رسوب داده می‌شود. پس از صاف کردن و شستشو، باقی‌مانده در دمای 250°C خشک و توزین می‌شود.

در شرایط ذکرشده بالا، اگر در فرایند رسوب دادن، از یک واکنشگر بر پایه سدیم مولیبدات یا آمونیوم مولیبدات استفاده شود، هیچ گونه مزاحمتی توسط ترکیبات احتمالی موجود در محلول (اسیدهای معدنی و آلی، یونهای آمونیوم، سیلیکاتهای محلول و غیره) به وجود نخواهد آمد.

۵ نمونه برداری و آماده سازی نمونه

یک روش نمونه برداری پیشنهادی در استاندارد EN 1482-1 ارائه شده است.

۶ مواد و / یا واکنشگرها

۱-۶ آب، مقطر یا یونزدایی شده

۲-۶ نیتریک اسید غلیظ، با چگالی 1.40 g/ml

۳-۶ آماده سازی واکنشگرها

۱-۳-۶ آماده سازی واکنشگر بر پایه سدیم مولیبدات

۱-۱-۳-۶ محلول الف، 70 g سدیم مولیبدات دو آبه را در 100 ml آب مقطر حل کنید.

۲-۱-۳-۶ محلول ب، 60 g سیتریک اسید یک آبه را در 100 ml آب مقطر حل کرده و 85 ml نیتریک اسید غلیظ (مطابق زیربند ۲-۶) اضافه کنید.

۳-۱-۳-۶ محلول پ، محلول الف را به محلول ب اضافه و به هم بزنید تا محلول پ به دست آید.

۴-۱-۳-۶ محلول ت، 35 ml نیتریک اسید غلیظ (مطابق زیربند ۲-۶) را به 50 ml آب مقطر افزوده و سپس 5 ml کینولین تازه تقطیر شده اضافه کنید. این محلول را به محلول پ اضافه کنید، کاملاً مخلوط کرده و به مدت یک شب در محل تاریک نگهداری کنید. سپس با آب مقطر به حجم 500 ml برسانید، دوباره مخلوط کرده و با قیف شیشه‌ای متخلخل^۱ (مطابق زیربند ۷-۷) صاف کنید.

۲-۳-۶ آماده سازی واکنشگر بر پایه آمونیوم مولیبدات

۱-۲-۳-۶ محلول الف، با حرارت ملایم و هم زدن‌های متوالی، 100 g آمونیوم مولیبدات را در 300 ml آب مقطر حل کنید.

1- Sintered glass funnel

۶-۳-۲-۲ محلول ب، ۱۲۰ g سیتريک اسيد تک آبه را در ۲۰۰ ml آب مقطر حل کنید، ۱۷۰ ml نيتريک اسيد غليظ (مطابق زیربند ۶-۲) اضافه کنید.

۶-۳-۳-۳ محلول پ، ۱۰ ml کينولين تازه تقطير شده را به ۷۰ ml نيتريک اسيد غليظ (مطابق زیربند ۶-۲) اضافه کنید.

کينولين را می توان به صورت تجاری خريداري و به جای کينولين تازه تقطير شده استفاده کرد. همچنين محلول کينولين نگهداری شده باید به صورت دوره ای از نظر تغيير رنگ بررسی شده و در صورت نیاز، با مواد جديد جایگزین شود.

۶-۳-۳-۴ محلول ت، به آرامی و با چرخاندن مداوم، محلول الف را درون محلول ب بریزید. پس از مخلوط شدن کامل، محلول پ را به آن افزوده و به حجم ۱ l برسانید. این محلول را به مدت دو روز در مکان تاریک نگهداری کرده و سپس با استفاده از قیف شیشه ای متخلخل (مطابق زیر بند ۷-۷) یا کاغذ صافی با تخلخل مشابه، صاف کنید.

واکنشگرهای زیربندهای ۶-۳-۱ و ۶-۳-۲ ممکن است به روش یکسان به کار روند و هر دو باید در بطری های پلی اتیلن درپوش دار در محلی تاریک نگهداری شوند.

۷ وسایل

۷-۱ تجهیزات استاندارد آزمایشگاهی

۷-۲ بالن ارلن مایر، با ظرفیت ۵۰۰ ml با دهانه گشاد

۷-۳ پيپت های مدرج، با ظرفیت های ۱۰ ml، ۲۵ ml و ۵۰ ml

۷-۴ بوته صافی^۱، با تخلخل ۵ μm تا ۲۰ μm

۷-۵ بالن بوخنر

۷-۶ آون، تنظيم شده در دمای $(250 \pm 10)^\circ\text{C}$

۷-۷ قیف شیشه ای متخلخل، با تخلخل ۵ μm تا ۲۰ μm یا کاغذ صافی با تخلخل مشابه

1- filter crucible

۸ روش اجرای آزمون

۸-۱ عمل آوری محلول

با یک پیپت (مطابق زیربند ۳-۷) بخشی از محلول که حاوی حدود ۰/۰۱ g پنتا اکسید فسفر (P_2O_5) از کود مورد نظر که قبلاً مطابق جدول یک تهیه و استخراج شده (به منابع ۳، ۴، ۵، ۶، ۷، ۸، ۹، ۱۰ و ۱۱ کتاب‌نامه مراجعه شود) را برداشته و در ارلن‌مایر (مطابق زیربند ۲-۷) بریزید. ۱۵ ml نیتریک اسید غلیظ (مطابق زیربند ۲-۶) را به آن افزوده و با آب تا حجم حدود ۱۰۰ ml رقیق کنید. وقتی که محلولی که رسوب‌گیری می‌شود، حاوی بیش از ۱۵ ml محلول سیترات (سیترات خنثی، سیترات قلیایی پترمان^۱ یا ژولی^۲) باشد، باید ۲۱ ml نیتریک اسید غلیظ اضافه شود.

جدول ۱- تعیین مقادیر مختلف محلول‌های فسفات

درصد P_2O_5 در کود	درصد P در کود	نمونه برای تجزیه g	حجم محلول رقیق شده ml	نمونه ml	حجم محلول رقیق شده ml	حجم نمونه رسوب‌گیری ml	ضریب تبدیل (F) کینولین فسفو مولیبدات درصد P_2O_5	ضریب تبدیل (F') کینولین فسفو مولیبدات درصد P
۱۰ تا ۵	۲/۲ تا ۴/۴	۱	۵۰۰	-	-	۵۰	۳۲/۰۷۴	۱۳/۹۸۴
		۵	۵۰۰	-	-	۱۰	۳۲/۰۷۴	۱۳/۹۸۴
۲۵ تا ۱۰	۴/۴ تا ۱۱	۱	۵۰۰	-	-	۲۵	۶۴/۱۴۸	۲۷/۹۶۸
		۵	۵۰۰	۵۰	۵۰۰	۵۰	۶۴/۱۴۸	۲۷/۹۶۸
>۲۵	>۱۱	۱	۵۰۰	-	-	۱۰	۱۶۰/۳۷۰	۶۹/۹۲۱
		۵	۵۰۰	۵۰	۵۰۰	۲۵	۱۲۸/۲۹۶	۵۵/۹۳۷

۸-۲ آبکافت

در صورت احتمال وجود متافسفات، پیروفسفات یا پلی‌فسفات در محلول، آبکافت به شرح زیر انجام شود. محتویات ارلن‌مایر (مطابق زیربند ۲-۷) را به آرامی گرما داده تا به نقطه جوش برسد و در همین دما نگه دارید تا آبکافت کامل شود. این کار حدود ۱ h طول می‌کشد. باید مراقب بود که اتلاف محلول در اثر پاشیدن یا تبخیر بیش از حد، باعث کاهش حجم محلول به کمتر از نصف مقدار اولیه نشود. به این منظور بهتر است

1- petermann
2-Julie

از دستگاه تقطیر برگشتی استفاده شود. پس از آبکافت، حجم را با استفاده از آب (مطابق زیربند ۶-۱) به مقدار اولیه برسانید.

۸-۳ توزین بوته

بوته صافی (مطابق زیربند ۷-۴) را به مدت حداقل ۱۵ min در آون (مطابق زیربند ۷-۶) تنظیم شده در دمای $^{\circ}\text{C}$ (250 ± 10) خشک کنید. سپس آن را در خشکاننده، خنک کرده و با تقریب 0.001 g وزن کنید.

۸-۴ رسوب گیری

محلول اسیدی درون ارلن مایر (زیربند ۷-۲) را گرم کنید تا شروع به جوشیدن کند. سپس به صورت قطره قطره و با هم زدن مداوم، ۴۰ ml واکنشگر رسوب دهنده (مطابق زیربند ۶-۳-۱ یا ۶-۳-۲) اضافه کنید تا کینولین فسفومولیدات شروع به رسوب دادن کند. برای رسوب کردن محلول های فسفات حاوی بیش از ۱۵ ml محلول سیترات (سیترات خنثی، پترمان یا ژولی) که با ۲۱ ml نیتریک اسید غلیظ، اسیدی شده (مطابق زیربند ۸-۱)، باید مقدار ۸۰ ml واکنشگر رسوب دهنده استفاده شود. ارلن مایر را به مدت ۱۵ min در حمام آب گرم (با دمای بیش از $^{\circ}\text{C}$ ۸۰) قرار داده و هر از گاهی آن را تکان دهید. بالن را از حمام آب گرم خارج کرده و پیش از صاف کردن محلول، اجازه دهید تا خنک شود.

۸-۵ صاف کردن و شستشو

محلول را در شرایط خلاء و با سرریز کردن، صاف کنید. رسوب موجود در ارلن مایر (مطابق زیر بند ۷-۲) را با استفاده از ۳۰ ml آب (مطابق زیربند ۶-۱) بشوئید. محلول را سرریز کرده و آن را صاف کنید. این مراحل را ۵ مرتبه تکرار کنید. باقیمانده رسوب را به صورت کمی به بوته منتقل کرده و با آب بشوئید. چهار مرتبه و هر مرتبه با ۲۰ ml آب بشوئید، پیش از هر مرتبه افزودن آب، اجازه دهید که مایع از بوته خارج شود. رسوب را کاملاً خشک کنید.

۸-۶ خشک کردن و توزین کردن

بیرون بوته را با کاغذ صافی یا دستمال نظیف، پاک کنید. بوته را درون آون (مطابق زیر بند ۷-۶) قرار داده و در دمای $^{\circ}\text{C}$ ۲۵۰ نگه دارید تا جرم آن ثابت شود (معمولاً زمان ۱۵ min کافی است، هیچ گاه زمان از ۳۰ min بیشتر نشود)، سپس آن را درون خشکاننده و در دمای محیط قرار دهید تا خنک شود و به سرعت آن را وزن کنید.

۸-۷ آزمون شاهد

برای هر مجموعه اندازه گیری، یک آزمون شاهد با استفاده از واکنشگرها و حلال ها با همان نسبت های

استفاده شده در استخراج (محلول سیترا، غیره)، انجام داده و از آن‌ها در محاسبه نتیجه نهایی استفاده کنید.

۸-۸ تصدیق

اندازه‌گیری را با استفاده از بخشی از محلول پتاسیم دی هیدروژن فسفات حاوی ۰٫۰۱g پنتا اکسید فسفر P_2O_5 انجام دهید.

۹ محاسبات و بیان نتایج

اگر نمونه‌های استفاده شده برای تجزیه و رقیق‌سازی، طبق مقادیر آورده شده در جدول ۱ باشند، کسر جرمی، w_P ، بر حسب درصد را با استفاده از فرمول ۱ محاسبه کنید.

$$w_P = (m_1 - m_2) \times F' \quad (۱)$$

اگر نمونه‌های استفاده شده برای تجزیه و رقیق‌سازی، طبق مقادیر آورده شده در جدول ۱ باشند، کسر جرمی، $w_{P_2O_5}$ ، بر حسب درصد را با استفاده از فرمول ۲ محاسبه کنید.

$$w_{P_2O_5} = (m_1 - m_2) \times F \quad (۲)$$

که در آن:

m_1 جرم کینولین فسفومولیدات بر حسب گرم؛

m_2 جرم کینولین فسفومولیدات در آزمون شاهد بر حسب گرم؛

F و F' ضرایب آورده شده در دو ستون آخر جدول ۱ است.

اگر نمونه‌های استفاده شده برای تجزیه و رقیق‌سازی، با مقادیر آورده شده در جدول ۱ تفاوت داشته باشند، کسر جرمی، w_P ، بر حسب درصد با استفاده از فرمول ۳ محاسبه می‌شود:

$$wp = \frac{(m_1 - m_2) \times f' \times D \times 100}{M} \quad (۳)$$

اگر نمونه‌های تهیه شده برای تجزیه و رقیق‌سازی با مقادیر آورده شده در جدول ۱ تفاوت داشته باشند، کسر جرمی $w_{P_2O_5}$ ، بر حسب درصد با استفاده از فرمول ۴ محاسبه می‌شود:

$$wp = \frac{(m_1 - m_2) \times f \times D \times 100}{M} \quad (۴)$$

که در آن:

m_1 جرم کینولین فسفومولیدات بر حسب گرم؛

m_2 جرم کینولین فسفومولیدات در آزمون شاهد بر حسب گرم؛

f و f' ضرایب کینولین فسفومولیدات که عبارت است از $P_2O_5=0.032074 (f)$ و $P=0.013984 (f')$ ؛

D ضریب رقت؛

M جرم آزمون تجزیه شده بر حسب گرم است.

۱۰ دقت

۱-۱۰ آزمون‌های بین آزمایشگاهی

آزمون‌های بین آزمایشگاهی بر اساس روش‌های استخراج بیان شده در استانداردهای EN 15956، EN 15957 و EN 15958 انجام شده است. تعداد آزمایشگاه‌های شرکت کننده و نمونه‌های استخراج شده از کودهای مختلف در پیوست الف و جدول‌های الف-۱ تا الف-۳ ذکر شده است. تکرارپذیری و تجدیدپذیری بر اساس مرجع ۱ کتاب نامه محاسبه شده است.

۲-۱۰ تکرارپذیری

اختلاف مطلق بین نتایج دو آزمون تکی مستقل که با استفاده از روش مشابه، با مواد آزمون یکسان، در آزمایشگاه یکسان، توسط یک آزمون گر با استفاده از تجهیزات مشابه در یک دوره زمانی کوتاه به دست آمده است، در حداکثر ۵٪ موارد، از مقادیر r در جدول ۲ بیشتر می‌شود.

۳-۱۰ تجدیدپذیری

اختلاف مطلق بین نتایج دو آزمون تکی که با استفاده از روش مشابه با مواد آزمون یکسان، در آزمایشگاه‌های مختلف توسط آزمون‌گرهای متفاوت با استفاده از تجهیزات متفاوت به دست آمده است، در حداکثر ۵٪ موارد، از مقادیر R در جدول ۲ بیشتر می‌شود.

جدول ۲- مقادیر میانگین، حدود تکرارپذیری و تجدیدپذیری

نمونه (استخراج شده طبق استاندارد (EN 15956)	$x_{\square}$ %	r %	R %
NP (DAP)	۴۶٫۵۱	۰٫۳۵	۱٫۱۷
NPK (16-16-8+4S)	۱۶٫۱۳	۰٫۲۱	۰٫۴۱
TSP	۴۹٫۳۵	۰٫۴۸	۱٫۳۸
نمونه (استخراج شده طبق استاندارد (EN 15957)	$x_{\square}$ %	r %	R %
NP (DAP)	۴۶٫۲۲	۰٫۲۴	۱٫۰۷
NPK (16-16-8+4S)	۱۶٫۰۸	۰٫۱۸	۰٫۴۱
TSP	۴۸٫۳۴	۰٫۳۳	۱٫۰۹
نمونه (استخراج شده طبق استاندارد (EN 15958)	$x_{\square}$ %	r %	R %
NP (DAP)	۴۲٫۷۲	۰٫۳۱	۲٫۳۴
NPK (16-16-8+4S)	۱۴٫۲۲	۰٫۱۸	۰٫۳۸
TSP	۴۶٫۵۶	۰٫۴۱	۲٫۰۴

۱۱ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

الف - روش آزمون مورد استفاده با ارجاع به این استاندارد ملی ایران؛

ب - تمام اطلاعات لازم برای شناسایی کامل نمونه؛

پ- روش استخراج به کار رفته؛

ت- نتایج آزمون به دست آمده؛

ث- تاریخ نمونه برداری و روش نمونه برداری (در صورت اطلاع)؛

ج- تاریخ پایان تجزیه؛

چ- برآورده شدن الزامات حد تکرارپذیری؛

ح- تمام جزئیات عملیاتی که در این استاندارد ملی بیان شده یا به عنوان گزینه انتخابی ارائه شده به همراه جزئیات هر حادثه رویداده در هنگام انجام آزمون که ممکن است بر روی نتایج آزمون تاثیر گذاشته باشد.

پیوست الف

(آگاهی دهنده)

نتایج آماری آزمون بین آزمایشگاهی

دقت روش در سال ۲۰۰۸ توسط "تجزیه شیمیایی" ارائه شده در استاندارد CEN/TC 260 با عنوان کودهای شیمیایی و مواد آهکی در یک آزمون بین آزمایشگاهی بر اساس مرجع ۱ کتابنامه تصدیق شده است. نتایج آماری در جداول الف-۱، الف-۲ و الف-۳ ارائه شده است.

جدول الف-۱- استخراج نتایج آماری طبق استاندارد EN 15956

نمونه			پارامتر
TSP	NPK (16-16-8+4S)	NP (DAP)	
۱۸	۲۰	۱۷	تعداد آزمایشگاه های شرکت کننده
۱۸	۲۰	۱۶	تعداد آزمایشگاه ها پس از حذف داده های پرت (نتایج آزمون پذیرفته شده)
۴۹,۳۵	۱۶,۱۳	۴۶,۵۱	میانگین $\bar{x}$ (%)
۰,۱۷	۰,۰۸	۰,۱۲	انحراف استاندارد تکرارپذیری s_r (%)
۰,۳۰	۰,۵۰	۰,۲۷	RSD_r (%)
۰,۴۸	۰,۲۱	۰,۳۵	حد تکرار پذیری r (%)
۰,۴۹	۰,۱۵	۰,۴۲	انحراف استاندارد تجدیدپذیری S_R (%)
۱,۰۰	۰,۹۰	۰,۹۰	RSD_R (%)
۱,۳۸	۰,۴۱	۱,۱۷	حد تجدیدپذیری R (%)

جدول الف-۲- استخراج نتایج آماری طبق استاندارد EN 15957

نمونه			پارامتر
TSP	NPK (16-16-8+4S)	NP (DAP)	
۱۸	۲۰	۱۷	تعداد آزمایشگاه های شرکت کننده
۱۴	۲۰	۱۴	تعداد آزمایشگاه ها پس از حذف داده های پرت (نتایج آزمون پذیرفته شده)
۴۸,۳۴	۱۶,۰۸	۴۶,۲۲	میانگین $\bar{x}$ (%)
۰,۱۲	۰,۰۶	۰,۰۹	انحراف استاندارد تکرارپذیری s_r (%)
۰,۲۴	۰,۴۰	۰,۱۹	RSD_r (%)

نمونه			پارامتر
TSP	NPK (16-16-8+4S)	NP (DAP)	
۰٫۳۳	۰٫۱۸	۰٫۲۴	حد تکرار پذیری (%) r
۰٫۳۹	۰٫۱۵	۰٫۳۸	انحراف استاندارد تجدیدپذیری (%) S_R
۰٫۸۱	۰٫۹۰	۰٫۸۳	(%) RSD_R
۱٫۰۹	۰٫۴۱	۱٫۰۷	حد تجدیدپذیری (%) R

جدول الف-۳- استخراج نتایج آماری طبق استاندارد EN 15958

نمونه			پارامتر
TSP	NPK (16-16-8+4S)	NP (DAP)	
۱۸	۲۰	۱۷	تعداد آزمایشگاه‌های شرکت‌کننده
۱۷	۲۰	۱۶	تعداد آزمایشگاه‌ها پس از حذف داده‌های پرت (نتایج آزمون پذیرفته شده)
۴۶٫۵۶	۱۴٫۲۲	۴۲٫۷۲	میانگین $\bar{x}$ (%)
۰٫۱۵	۰٫۰۶	۰٫۱۱	انحراف استاندارد تکرارپذیری (%) s_r
۰٫۳۰	۰٫۴۰	۰٫۲۶	(%) RSD_r
۰٫۴۱	۰٫۱۸	۰٫۳۱	حد تکرار پذیری (%) r
۰٫۷۳	۰٫۱۴	۰٫۸۴	انحراف استاندارد تجدیدپذیری (%) S_R
۱٫۶۰	۱٫۰۰	۱٫۹۶	(%) RSD_R
۲٫۰۴	۰٫۳۸	۲٫۳۴	حد تجدیدپذیری (%) R

کتاب نامه

[1] ISO 5725-2, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results- Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۷۴۴۲-۲: سال ۱۳۸۴، درستی (صحت و دقت) روش‌ها و نتایج اندازه‌گیری - قسمت دوم: روش پایه برای تعیین تکرارپذیری و تجدیدپذیری، با استفاده از استاندارد ISO 5725-2:1994 تدوین شده است.

[2] EN 15920, Fertilizers. Extraction of phosphorus soluble in 2 % citric acid

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۳۴۹: سال ۱۳۹۳، کودها- استخراج فسفر محلول در سیتریک اسید ۲٪، با استفاده از استاندارد BS EN 15920: 2011 تدوین شده است.

[3] EN 1482-1, Fertilizers and liming materials- Sampling and sample preparation- Part 1: Sampling

[4] CEN/TS 15956, Fertilizers- Extraction of phosphorus soluble in mineral acids

[5] CEN/TS 15957, Fertilizers- Extraction of phosphorus which is soluble in neutral ammonium citrate

[6] CEN/TS 15958, Fertilizers- Extraction of water soluble phosphorus

[7] EN 15919, Fertilizers- Extraction of phosphorus soluble in 2 % formic acid

[8] EN 15921, Fertilizers- Extraction of soluble phosphorus according to Petermann at 65 °C

[9] EN 15922, Fertilizers- Extraction of soluble phosphorus according to Petermann at ambient temperature

[10] EN 15923, Fertilizers- Extraction of phosphorus soluble in Joulie's alkaline ammonium citrate

[11] Regulation (EC) No 2003/2003 of the European Parliament and of the Council of 13 October 2003 relating to fertilizers, Official Journal L 304, 21.11.2003, p. 1-194, Annex I and Annex IV, Method 3.2