*Проект*

Изображение государственного Герба Республики Казахстан

**НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН**

**Суперфосфат из фосфоритов Каратау**

**ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ**

**СТ РК**

**Комитет технического регулирования и метрологии**

**Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан**

**(Госстандарт)**

**Нур-Султан**

**Предисловие**

**1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН** РГП на ПХВ «Казахстанский институт стандартизации и метрологии» Комитета технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан

**2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан № \_\_ от « » \_\_\_\_ 202\_года.

**3** **ВВЕДЕН ВЗАМЕН СТ РК 2306-2013**

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном каталоге «Документы по стандартизации», а текст изменений и поправок - в периодически издаваемых информационных каталогах «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в периодически издаваемом информационном каталоге «Национальные стандарты»*

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан.

**НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН**

**Суперфосфат из фосфоритов Каратау**

**ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ**

**Дата введения \_\_\_\_ -\_\_-\_\_**

**1 Область применения**

Настоящий Стандарт распространяется на суперфосфат, получаемый из фосфатного сырья Каратау, путем обработки его серной и фосфорной кислотами, с последующей нейтрализацией аммиаком и грануляцией продукта.

Суперфосфат предназначается для сельского хозяйства и розничной торговли как минеральное удобрение, содержащее в своем составе такие питательные компоненты, как фосфор, азот.

**2 Нормативные ссылки**

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные нормативные документы:

ГОСТ 12.1.005-88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.

ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация. Общие требования безопасности.

ГОСТ 12.3.009-76 Система стандартов безопасности труда. Работы погрузочно – разгрузочные. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.3.037-84 Система стандартов безопасности труда. Применение минеральных удобрений в сельском хозяйстве и лесном хозяйстве. Общие требования безопасности.

ГОСТ 12.4.021-75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования безопасности.

ГОСТ 12.4.028-76 Система стандартов безопасности труда. Респираторы ШБ-1 «Лепесток». Технические условия.

ГОСТ 12.4.103–2020 Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная защитная. Средства индивидуальной защиты ног и рук. Классификация.

ГОСТ 17.1.3.11-84 Охрана природы. Гидросфера. Общие требования охраны поверхностных и подземных вод от загрязнения минеральными удобрениями.

ГОСТ 17.2.3.02–2014 Правила установления допустимых выбросов загрязняющих веществ промышленными предприятиями.

ГОСТ 2184-2013 Кислота серная техническая, технические условия.

ГОСТ 2226-2013 Мешки из бумаги и комбинированных материалов. Общие технические условия.

ГОСТ 10354-82 Пленка полиэтиленовая. Технические условия

ГОСТ 14192-96 Маркировка грузов.

ГОСТ 17811-78 Мешки полиэтиленовые для химической продукции. Технические условия.

ГОСТ 19433.1–2010 Грузовые опасные. Классификация.

ГОСТ 20432-83 Удобрения. Термины и определения.

ГОСТ 20851.2-75 Удобрения минеральные. Методы определения фосфатов.

ГОСТ 20851.4-75 Удобрения минеральные. Методы определения воды.

ГОСТ 21560.0-82 Удобрения минеральные. Методы отбора и подготовки проб.

ГОСТ 21560.1-82 Удобрения минеральные. Метод определения гранулометрического состава.

ГОСТ 21560.2-82 Удобрения минеральные. Метод определения статической прочности гранул.

ГОСТ 21560.5-82 Удобрения минеральные. Метод определения рассыпчатости.

ГОСТ 23954-80 Удобрения минеральные. Правила приемки.

ГОСТ 29329-92 Весы для статического взвешивания. Общие технические требования.

ГОСТ 30090-93 Мешки и мешочные ткани. Общие технические условия.

ГОСТ 30181.8-94 Удобрения минеральные. Методы определения массовой доли аммонийного азота в сложных удобрениях (хлораминовый метод).

ГОСТ 61–75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия.

ГОСТ 1770–74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.

ГОСТ 1277-75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия.

ГОСТ 3118–77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия.

ГОСТ 3640–94 Цинк. Технические условия.

ГОСТ 3760–79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия.

ГОСТ 3773–72 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 3956-76 Силикагель технический. Технические условия

ГОСТ 4108–72 Реактивы. Барий хлорид 2-водный. Технические условия.

ГОСТ 4147–74 Реактивы. Железо (III) хлорид 6-водный. Технические условия**.**

ГОСТ 4234–77 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия.

ГОСТ 4328–77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия.

ГОСТ 4919.1 -2016 Реактивы и особо чистые вещества.Методы приготовления растворов индикаторов.

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 9147–80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия.

ГОСТ 10398–2016 Реактивы и особо чистые вещества. Комплексонометрический метод определения основного вещества.

ГОСТ 10652–73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N´, N´-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия.

ГОСТ 12026–76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия.

ГОСТ 24363–80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия.

ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры.

ГОСТ 25794.1 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов кислотно-основного титрования.

ГОСТ 29169–91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой.

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования.

ГОСТ 29251–91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования.

ГОСТ 30108–94 Материалы и изделия строительные. Определение удельной эффективной активности естественных радионуклидов.

ГОСТ OIML R 111-1–2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Гири классов Е1, Е2, F1, F2, M1, M1-2, M2, M2-3 иM3.

**3 Термины и определения**

В настоящем стандарте применяются термины по ГОСТ 20432.

**4 Классификация**

4.1 Основные показатели и характеристики

4.1.1 По химическому составу суперфосфат является многокомпонентным минеральным удобрением, основными составляющими которого являются моноаммонийфосфат и диаммонийфосфат, дикальцийфосфат и монокальцийфосфат.

Наиболее значимые примеси: сульфат кальция, фосфаты железа и алюминия, фосфат магния.

4.1.2 По агрегатному состоянию суперфосфат относится к твердым: гранулированный продукт серого цвета, не слеживается, негигроскопичен, обладает выровненным гранулометрическим составом, не пылит.

4.1.3 Гранулированный суперфосфат получают из фосфатного сырья Каратау с массовой долей общих фосфатов не менее 24,5 %, с применением серной (см. ГОСТ 2184) и фосфорной кислот.

В зависимости от содержания общих фосфатов суперфосфат выпускают следующих сортов:

- высший сорт - суперфосфат обогащенный Р+(Mg, S) – с массовой долей общих фосфатов (21,5 ± 1) %;

- первого сорта – с массовой долей общих фосфатов (19 ± 1) %;

- второго сорта – с массовой долей общих фосфатов (15 ± 1) %.

4.1.4 Пример условного обозначения при заказе:

- Суперфосфат хххх сорта СТ РК 2306-202Х.

**5 Технические требования**

5.1 Суперфосфат должен соответствовать требованиям [1], настоящего стандарта и производиться по рецептуре и технологическому регламенту, утвержденным в установленном порядке.

5.2 По физико-химическим показателям суперфосфат должен соответствовать требованиям [1] и нормам, указанным в таблице 1.

**Таблица 1- Физико-химические показатели суперфосфата**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Наименование показателей | Норма для сортов | Методы испытаний |
| Высший сорт (Обогащенный) | Первый сорт | Второй сорт  |
| 1. Внешний вид | Гранулированный продукт | Визуально |
| 2. Массовая доля общих фосфатов в пересчете на Р2О5, % | 21,5 ± 1 | 19 ± 1 | 15 ± 1 | ГОСТ 20851.2 |
| 3. Массовая доля свободной кислоты в пересчете на Н3РО4, %, не более  | 3,0 | 3,0 | 3,0 | ГОСТ 20851 |
| 4. Массовая доля общего азота (N), % | 0 ÷ 3,0 | 0 ÷ 3,0 | 0 ÷ 3,0 | ГОСТ 30181.8 |
| 5. Массовая доля оксида магния (MgO), %, не менее | 2,0 | - | - | п. 8.12настоящего стандарта |
| 6. Массовая доля сульфатной серы, в пересчете на серу (S), %, не менее | 11,0 | - | - | п 8.13настоящего стандарта |
| 7. Массовая доля воды, %, не более | 3,0 | 3,0 | 3,0 | ГОСТ 20851.4 |
| 8. Гранулометрический состав: Массовая доля гранул размером: от 0,5 до 4 мм, %, не менее менее 6 мм, % | 75100 | 75100 | 75100 | ГОСТ 21560.1 |
| 9. Статическая прочность гранул, МПа (кгс/см2), не менее | 1,0 (10) | 1,0 (10) | 1,0 (10) | ГОСТ 21560.2 |
| 10. Рассыпчатость, % | 100 | 100 | 100 | ГОСТ 21560.5 |
| 11. Удельная активность естественных (природных) радионуклидов, Бк/кг, не более | 4000 | 4000 | 4000 | ГОСТ 30108 |
| Примечания 1 Допускается превышение верхних пределов массовых долей общего азота и общих фосфатов. 2 Допускается выпуск суперфосфата по согласованию с потребителем, содержащего и не содержащего азот. 3 Нормы в таблице 1 по показателям пунктов 2, 3, 4 даны из расчета на сухой продукт.4 Массовая доля усвояемых фосфатов должна быть не менее 96 % от общих фосфатов. Показатели гарантируются предприятием-изготовителем и определяются не реже одного раза в месяц.5 Цвет не регламентируется.6 Допускается изменение требований к гранулометрическому составу суперфосфата в соответствии со спецификацией заказчика согласно условиям договора/контракта. |

5.3 Упаковка и маркировка

5.3.1 Упаковка

Упаковка должна соответствовать [1], [2]

5.3.1.1 Упаковка суперфосфата должна соответствовать требованиям технического регламента Таможенного союза «О безопасности упаковки».

5.3.1.2 Суперфосфат упаковывают в:

- полиэтиленовые мешки по ГОСТ 17811 или по действующей нормативной документации;

- 5-6 слойные бумажные мешки по ГОСТ 2226;

- полипропиленовые мешки по ГОСТ 30090;

- мягкие специализированные контейнеры разового пользования марок МРК-1.0 С, МРК – 1.0 М или контейнеры иностранного производства БИГ – БЕГ, выпускаемые по действующей нормативной документации производителя;

- для розничной торговли - в полиэтиленовые пакеты по ГОСТ 10354.

Допускается упаковка суперфосфата в импортные мешки, обеспечивающие сохранность продукции.

5.3.1.3 Масса нетто мешков: 50 кг с допускаемым отклонением по массе ± 2 %.

По требованию покупателя возможны изменения по весу: 40 кг, 30 кг или другого веса.

Масса нетто контейнеров (800 ± 2 % и 900 ± 2%) кг.

Масса нетто в пакетах от 1 кг до 3 кг с допустимым отклонением по массе ± 2 %.

Пакеты с суперфосфатом дополнительно упаковывают в бумажные, полиэтиленовые или полипропиленовые мешки или в коробки.

Масса нетто вторичной упаковки не более 15 кг.

5.3.1.4 Бумажные, полиэтиленовые и полипропиленовые мешки зашивают машинным способом. Прошивку полиэтиленовых мешков производят с применением прокладочных материалов. Полиэтиленовые пакеты запаивают.

5.3 1.5 Температура суперфосфата должна быть:

- при отгрузке насыпью и упаковке в бумажные мешки не более 65 °С;

- при упаковке в полиэтиленовые мешки, пакеты и контейнеры не более 55 °С;

- при упаковке в полипропиленовые мешки не более 50 °С.

5.3.1.5 Упаковка суперфосфата, предназначенного для экспорта, должна соответствовать требованиям договора (контракта) поставщика с внешнеэкономической организацией или иностранным покупателем.

5.3.2 Маркировка

Маркировка должна соответствовать [1], [3]

5.3.2.1 На полиэтиленовые и полипропиленовые мешки маркировку наносят печатным способом или пришивают бумажные маркировочные ярлыки:

- на бумажные мешки - бумажные маркировочные ярлыки приклеивают, или пришивают, или наносят маркировку печатным способом;

- на контейнеры маркировку или наносят печатным способом, или вкладывают в карман контейнера бумажный ярлык;

- на полиэтиленовые пакеты для розничной торговли маркировку или наносят печатным способом, или в пакет вкладывают бумажный маркировочный ярлык.

5.3.2.2 Маркировочные данные для пакетов с суперфосфатом, предназначенных для розничной торговли, должны содержать:

- наименование предприятия – изготовителя, его товарный знак (при наличии), его адрес;

- наименование страны–изготовителя, в виде надписи «Сделано в Республике Казахстан»;

- наименование продукта, обозначение настоящего стандарта;

- массовые доли усвояемых фосфатов, общего азота;

- указания по применению (согласно Разделу 9);

- манипуляционный знак «Беречь от влаги» по ГОСТ 14192;

- массу нетто;

- условия хранения;

- дату изготовления и гарантийный срок хранения.

5.3.2.3 Транспортная маркировка тары с пакетами суперфосфата, предназначенного для розничной торговли, должна содержать следующие данные:

- наименование продукта, обозначение настоящего Стандарта;

- наименование предприятия – изготовителя, его адрес;

- наименование страны – изготовителя, в виде надписи «Сделано в

Республике Казахстан»;

- манипуляционный знак «Беречь от влаги» по ГОСТ 14192;

- дату выпуска и гарантийный срок хранения;

- массу нетто;

- указания по применению (согласно Разделу 9);

- информацию о сертификации (при наличии).

5.3.2.4 Маркировка должна содержать следующую информацию:

 - наименование и назначение удобрения;

- обозначение нормативного документа, по которому производится удобрение;

- массовая доля основных питательных элементов, макроэлементов в процентах;

- марку, сорт;

- элементы описания опасности (сигнальное слово и краткая характеристика опасности);

- манипуляционный знак «Беречь от влаги»;

- масса нетто;

- наименование и местонахождение (юридический адрес, включая страну) изготовителя;

- дата производства;

- номер партии;

- гарантийный срок хранения или срок годности;

- условия хранения;

- рекомендации по применению, а также меры по безопасному применению, хранению и оказанию первой медицинской помощи (для удобрений, предназначенных для розничной торговли).

Для удобрений, поставляемых насыпью, маркировка указывается в сопроводительных документах.

Маркировка должна быть выполнена на государственном и русском языках.

5.3.2.5 Маркировка суперфосфата, предназначенного для экспорта, должна соответствовать требованиям договора (контракта) поставщика с внешнеэкономической организацией или иностранным покупателем.

5.4 Требования к сырью и материалам

Сырьё должно соответствовать требованиям нормативных документов, по которым оно изготовлено.

Сырьё должно быть с нормированными физико-химическими показателями.

Данные о качестве и свойствах сырья должны быть подтверждены документом изготовителя сырья и соответствующей маркировкой.

6 Требования безопасности и охраны окружающей среды

6.1 Суперфосфат не токсичен, пожаро- и взрывобезопасен. Класс опасности – 3, предельно допустимая концентрация пыли суперфосфата в воздухе рабочей зоны - 5 мг/м3 по ГОСТ 12.1.005, [4]

Общие требования безопасности на предприятиях, производственная деятельность которых связана с вредными веществами, содержащимися в сырье и продуктах – по ГОСТ 12.1.007.

Общие санитарно – гигиенические требования к воздуху рабочей зоны, а также контроль содержания вредных веществ в воздухе рабочей зоны и требования к методикам измерения – по ГОСТ 12.1.005.

6.2 Производственные помещения и лаборатории, в которых производятся работы с суперфосфатом, должны быть обеспечены приточновытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

Производственное оборудование и коммуникации в местах возможного образования пыли и газов должны быть снабжены местными аспирационными отсосами, обеспечивающими состояние воздуха рабочей зоны в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005.

Производственное оборудование и коммуникации должны быть при необходимости герметизированы.

Улавливаемые пылегазовоздушные смеси, кислые стоки подвергаются очистке, нейтрализации и совмещаются с их утилизацией для обеспечения безотходного производства.

6.3 Работающие с суперфосфатом должны быть обеспечены специальной защитной одеждой, средствами индивидуальной защиты ног и рук в соответствии с ГОСТ 12.4.103 и отраслевыми нормами.

Пыль суперфосфата может вызвать легкое раздражение верхних дыхательных путей. Средства индивидуальной защиты органов дыхания – респираторы типа У-2К, ШБ-1 «Лепесток» по ГОСТ 12.4.028.

Суперфосфат не образует токсичных соединений в воздушной среде и в сточных водах.

6.4 Все работы с суперфосфатом, а также хранение и транспортирование должны проводиться в соответствии с санитарными правилами по хранению, транспортированию и применению минеральных удобрений в сельском хозяйстве.

При производстве, применении, транспортировании и хранении суперфосфата должны быть обеспечены требования ГОСТ 17.2.3.02,

ГОСТ 17.1.3.11, ГОСТ 12.3.037 и правил безопасности для производств основной химической промышленности.

6.5 В период внесения суперфосфата в почву, при отсутствии закрытых помещений, удобрение необходимо хранить на специально подготовленных площадках, недоступных для домашних животных.

Потребитель, при использовании суперфосфата, должен соблюдать правила личной гигиены, работать в перчатках, после работы – вымыть руки с мылом, при случайном попадании продукта на кожу нужно смыть его водой; при попадании в глаза – промыть их проточной водой, при необходимости – обратиться к врачу.

6.6 Освободившаяся тара (мешки) утилизируется с бытовым мусором в отведенных местах. Случайно просыпавшийся продукт собирают и используют по назначению или утилизируют с бытовыми отходами.

7 Правила приемки

7.1 Правила приемки суперфосфата по ГОСТ 23954 с дополнениями, указанными ниже.

7.1.1 Размер партии для розничной торговли – не более одного вагона.

7.1.2 Для проверки качества упакованного суперфосфата, предназначенного для розничной торговли, отбирают методом систематической выборки каждый тридцатый мешок или ящик, из которого отбирают каждый третий пакет.

7.1.3 Допускается у изготовителя проводить отбор проб суперфосфата, предназначенного для розничной торговли, от движущегося потока механизированным способом или вручную из расчета 0,5 кг от трех тонн продукта.

7.2 Определение статической прочности гранул и рассыпчатости изготовитель проводит не реже одного раза в квартал.

7.3 Определение удельной активности естественных радионуклидов проводит не реже одного раза в год.

7.4 Результаты определения массовой доли усвояемых фосфатов, общего азота, статической прочности гранул, рассыпчатости и грансостава округляются до целых чисел процента, массовой доли воды, свободной кислоты – до десятых долей процента.

7.5 Каждая партия продукта сопровождается документом о качестве (сертификатом) по форме Приложения А.

Сертификационные испытания проводят по показателям, изложенным в 5.2.

**8 Методы контроля**

**8.1 Отбор проб**

8.1.1 Точечные пробы от неупакованного продукта из вагонов, автомашин, тракторных тележек, насыпей отбирают по ГОСТ 21560.0, Раздел 1, 1.4.

8.1.2 Точечные пробы от неупакованного продукта, находящегося в движении, отбирают по ГОСТ 21560.0, Раздел 1, 1.3.

8.1.3 Точечные пробы от упакованного продукта отбирают по ГОСТ 21560.0, Раздел 1, 1.5.

8.1.4 Отбор проб для определения рассыпчатости проводится по ГОСТ 21560.0, Раздел 1, 1.7.

8.1.5 Сокращение объединенных и получение средних проб проводится по ГОСТ 21560.0, Раздел 2.

**8.2 Подготовка проб для анализа**

Подготовка проб проводится по ГОСТ 21560.0, Раздел 3.

Аналитическую пробу растирают на механическом истирателе любого типа (или в ступке) до полного прохождения через сито с отверстиями размером 0,5 мм, затем помещают в сухую, плотно закрывающуюся банку и используют для химического анализа и определения воды.

Не растертую пробу используют для определения гранулометрического состава и статической прочности гранул.

8.3 Массовую долю усвояемых фосфатов определяют по ГОСТ 20851.2.

Извлечение проводят в соответствии с Разделом 5, определение – с Разделами 8 или 11.

При разногласиях в оценке массовой доли усвояемых фосфатов определение проводят по Разделу 8.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не превышает 0,4 %. Абсолютная суммарная погрешность результата анализа ± 0,2 % при доверительной вероятности Р = 0,95.

8.3.1 Массовую долю общих фосфатов определяют по ГОСТ 20851.2, извлечение проводят по разделу 1, определение фосфатов проводят дифференциальным фотометрическим методом по разделу 8.

За результат измерения принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми при доверительной вероятности Р = 0,95 не должно быть более 0,4 %.

8.3.2 Массовую долю усвояемых фосфатов определяют по ГОСТ 20851.2. Извлечение проводят

в соответствии с разделом 5, определение фосфатов проводят дифференциальным фотометрическим методом по разделу 8.

За результат измерения принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми при доверительной вероятности Р = 0,95 не должно быть более 0,4 %.

8.3.3 Массовую долю водорастворимых фосфатов определяют по ГОСТ 20851.2. Извлечение проводят в соответствии с разделом 6, определение фосфатов проводят дифференциальным фотометрическим методом по разделу 8.

За результат измерения принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми при доверительной вероятности Р = 0,95 не должно быть более 0,4 %.

8.4 Массовую долю свободной кислоты в пересчете на Р2О5 определяют

по ГОСТ 20851. Извлечение проводят в соответствии с Разделом 6, определение – с Разделом 10.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не превышает 0,4 %. Абсолютная суммарная погрешность результата анализа ± 0,2 % при доверительной вероятности Р = 0,95.

8.5 Массовую долю общего азота определяют по ГОСТ 30181.8.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми равно 0,2 % при доверительной вероятности Р = 0,95.

8.6 Масссовую долю воды определяют по ГОСТ 20851.4. При разногласиях в оценке массовой доли воды анализ проводят по ГОСТ 20851,4, Раздел 1.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не превышает 0,15 %. Абсолютная суммарная погрешность результата анализа ± 0,1 % при доверительной вероятности Р = 0,95.

8.7 Гранулометрический состав определяют по ГОСТ 21560.1.

За результат испытаний принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не превышает 0,9 %. Абсолютная суммарная погрешность результата анализа ± 0,7 % при доверительной вероятности Р = 0,95.

8.8 Статическую прочность гранул определяют по ГОСТ 21560.2.

Абсолютная погрешность результатов испытаний ± 0,45 Мпа (± 4,5 кгс/см2) при доверительной вероятности Р = 0,95.

8.9 Рассыпчатость определяют по ГОСТ 21560.5.

8.10 Удельная активность естественных (природных) радионуклидов определяется по ГОСТ 30108.

8.11 Контроль массы нетто осуществляется на весах для статического взвешивания по ГОСТ 29329.

**8.12 Определение массовой доли оксида магния комплексонометрическим методом**

Массовую долю оксида магнияопределяют комплексонометрическим методом, основанном на последовательном титровании кальция, суммы кальция и магния с раствором трилона Б (динатриевая соль этилендиамин-N, N, N´, N´-тетрауксусной кислоты 2-водный), которая образует с солями щелочноземельных металлов хорошо растворимые в воде бесцветные внутрикомплексные соединения, а затем вычислении массовой доли магния по разности полученных объемов.

Сумму кальция и магния определяют комплексонометрическим методом в присутствии индикатора хром темно-синего. Железо и алюминий, мешающие определению, маскируют раствором триэтаноламина.

8.12.1 Точность метода составляет 2 % (отн.) при содержании СаО и MgO (1 – 5) % и (0,5 – 0,8) (отн.) % при содержании (20 – 50) % определяемых компонентов.

8.12.2 Требования к средствам измерений, аппаратуре, вспомогательным устройствам.

Весы лабораторные ВЛ-224В, класс точности - I, (Max = 220 г, Min = 10 мг, *е* = 0,001г).

Гири классов Е1, Е2, F1, F2, M1, M1-2, M2, M2-3 иM3 по ГОСТ OIML R 111-1.

рН-метр/иономер лабораторный любого типа с диапазоном измерений величины рН от минус 1 до плюс 14, с абсолютной погрешностью измерения показателя активности водородных ионов не более ± 0,05 единиц рН или любой аналогичный.

Баня шестиместная водяная, предел регулирования до 100 оС.

Бюретки 1-3-2-2-0,01 по ГОСТ 29251.

Колбы 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Конические колбы КП 1-250-19/26; 2-500-29/32 по ГОСТ 25336.

Пипетки 2-1-10 по ГОСТ 29169.

Пипетки 1-2-1-5 по ГОСТ 29227.

Пипетки 2-2-25 по ГОСТ 29169.

Пипетки 2-2-50 по ГОСТ 29169.

Мензурки 50;100; 500 по ГОСТ 1770.

Часы.

Допускается использование других типов средств измерений, вспомогательного оборудования и лабораторной посуды с техническими и метрологическими характеристиками не ниже указанных в стандарте.

8.12.3 Требования к реактивам и растворам

Соляная кислота по ГОСТ 3118, плотностью 1,19 г/см3, раствор с массовой долей 20 %.

Уксусная кислота ледяная по ГОСТ 61, раствор с молярной концентрацией *с*(СН3СООН) = 1 моль/дм 3(1 н.).

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с молярной концентрацией *с*(NaOH) = 1 моль/дм 3 (1 н.), готовят по ГОСТ 25794.1.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, раствор с молярной концентрацией *с*(КОН) = 2 моль/дм3 (2 н.).

Цинк металлический по ГОСТ 3640.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, с массовой долей 25 %.

Хлорид железа по ГОСТ 4147, раствор с массовой долей 5 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Индикаторная бумага универсальная, Рифан, Конго.

Индикатор метиловый красный, 0,1 % раствор в этиловом спирте по ГОСТ 4919.1.

Аммиачный буферный раствор с показателем рН 10,5.

Ацетатный буферный раствор с показателем рН 4,6.

Триэтаноламин или гидрохлорид триэтаноламина, раствор с массовой долей 25 %.

Флуорексон, сухая смесь индикатора с КСl или КNO3 в соотношении 1:100 растертая в ступке.

Индикатор кислотный хром темно-синий.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N´, N´-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор молярной концентрации 0,025 моль/дм3.

Приготовление раствора уксусной кислоты ледяной с молярной с концентрацией *с*(СН3СООН) = 1 моль/дм 3 (1 н.) уксусной кислоты: растворяют 60 см3 ледяной уксусной кислоты в дистиллированной воде и доводят объем до 1 дм3.

Приготовление раствора хлорида железа (FeCl3 х 6Н2О) с массовой долей 5 %.

Растворяют 5,0 г хлорида железа в воде и разбавляют водой до 100 см3.

Приготовление аммиачного буферного раствора (NH4Cl) с показателем рН 10,5.

Растворяют 67 г аммония хлористого (NH4Cl) в 200 см3 воды в мерной колбе вместимостью 1 дм3, к раствору добавляют 570 см3 раствора водного аммиака с массовой долей 25 %, объем раствора доводят до метки водой и перемешивают.

 Приготовление ацетатного буферного раствора с показателем рН 4,6: смешивают 500 см3 раствора гидроокиси натрия (NaOH) концентрации 1 моль/дм3 (1 н.) c 1 дм3 раствора уксусной кислоты ледяной (CH3COOH) концентрации1 моль/дм3 (1 н.).

Приготовление триэтаноламина или гидрохлорида триэтаноламина с массовой долей 25 %.

 Если раствор триэтаноламина сильно окрашен, проводят его очистку. Для этого смешивают триэтаноламин с этиловым спиртом в соотношении (1:1) и нейтрализуют раствор соляной кислотой плотностью 1,19 г/см3 до кислой реакции по индикаторной бумаге Конго. После охлаждения отфильтровывают гидрохлорид триэтаноламина и промывают на воронке Бюхнера этиловым спиртом. Полученные белые кристаллы высушивают на воздухе.

Приготовление кислотного хром темно-синего: растворяют 0,5 г индикатора в 2 см3 аммиачного буферного раствора рН 10,5 и доводят объем раствора водой до 100 см3.

Приготовление раствора трилона Б молярной концентрации 0,025 моль/дм3.

(9,300 ± 0,001) г трилона Б помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см3 и растворяют в (500 – 700) см3 дистиллированной воды, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Если раствор мутный, его фильтруют. Коэффициент молярности раствора трилона Б устанавливают по хлористому цинку по ГОСТ 10398 с применением цинка по индикатору эриохром черный Т.

8.12.4 Проведение анализа

1,0000 г удобрения взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), переносят в стакан или коническую колбу вместимостью 250—300 см3, смачивают 5—10 см3 воды и добавляют 30 см3 кислоты и воды до объема 50 см3. Стакан накрывают часовым стеклом и нагревают сначала медленно, а затем доводят до кипения и медленно кипятят 30 мин, для перевода полифосфатов в ортофосфаты — 60 мин, время от времени перемешивая стеклянной палочкой, добавляя воду по мере упаривания раствора до объема примерно 50 см3. После кипячения раствор разбавляют водой вдвое и переносят вместе с осадком в мерную колбу вместимостью 250 или 500 см3, тщательно обмывая стенки водой. После охлаждения до комнатной температуры объем раствора доводят водой до метки, перемешивают и фильтруют, отбрасывая первые порции фильтрата (раствор А).

В стакан вместимостью 250 см3 отбирают пипеткой 50 см3 раствора А, добавляют раствор хлорида железа с массовой долей 5 % в зависимости от содержания фосфора (5 % Р2О5 – 2 см3, (5 – 10) % Р2О5 – (5 – 8) см3, (10 – 20) % Р2О5 – (8 – 12) см3, (20 – 50) % Р2О5 – (12 – 15) см3) и нейтрализуют 1 н. раствором едкого натра до рН (2 – 3) (появление мути) по индикаторной бумаге. Добавляют 20 см3 ацетатного буферного раствора для создания рН 4,6. Разбавляют горячей водой до объема 170 см3 и выдерживают на кипящей водяной бане 15 мин. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см3, разбавляют до метки водой, перемешивают и фильтруют через фильтр белая лента, отбрасывая первые порции фильтрата (раствор Б).

8.12.5 Определение оксида кальция.

В коническую колбу вместимостью 250 см3 отбирают пипеткой (25 – 50) см3 раствора Б, добавляют 5 см3 раствора триэтаноламина, 50 см3 воды, 10 см3 2 н. раствора гидроокиси калия, перемешивают. Добавляют на кончике шпателя флуорексон и титруют на черном фоне раствором с концентраций 0,025 моль/дм3 (0,025 н.) раствором трилона Б до перехода от флуоресцирующего салатно-зеленоватого до оранжевого оттенка. После добавления каждой капли трилона Б раствор тщательно перемешивают.

8.12.6 Определение суммы оксидов кальция и магния.

Отбирают пипеткой от 25 до 50 см3 раствора Б, прибавляют 5 см3 триэтаноламина, 50 см3 воды, 10 см3 аммиачного буферного раствора, 7 капель хром темно-синего и тируют раствором с концентрацией 0,025 моль/дм3 (0,025 н.) трилона Б до перехода малиновой окраски в синюю.

8.12.7 Обработка результатов анализа

Массовую долю оксида кальция СаО (Х1) и оксида магния MgO (Х2) вычисляют по формулам, в процентах (%):

$X\_{1}=\frac{V₁ ⨯ К х 0,0014⨯250⨯250⨯100}{m⨯50 х a}$, (1)

$X\_{2}=\frac{\left(V₂-V₁\right)⨯К х 0,001⨯250⨯250⨯100}{m⨯50 х a}$, (2)

где:

V- объем раствора Б, взятого для анализа, см3;

$V₁$ – объем раствора трилона Б с молярной концентрацией точно 0,025 моль/дм3, израсходованного на титрование оксида кальция, см3;

*V2* – объем точно раствора с концентрацией 0,025 моль/дм 3 (0,025 н.) раствора трилона Б, израсходованного на титрование суммы кальция и магния, см3 ;

$m$ - навеска анализируемого продукта, г;

0,0014 – масса оксида кальция, соответствующая 1 см3 раствора трилона Б молярной концентрации точно 0,025 моль/дм3, г;

0,001 – масса оксида магния, соответствующая 1 см3 раствора трилона Б с молярной концентрацией точно 0,025 моль/дм 3, г;

К – поправочный коэффициент раствора трилона Б с концентрацией 0,025 моль/дм3 (0,025 н).

**8.13 Определение массовой доли сульфатной серы в пересчете на серу гравиметрическим (весовым) методом**.

Массовую долю сульфатной серы в пересчете на серу определяют в виде BaSO4 гравиметрическим (весовым) методом.

8.13.1 Точность метода составляет 0,8 отн. %.

8.13.2 Требования к средствам измерений, аппаратуре, вспомогательным устройствам.

Электропечь сопротивления лабораторная типа SNOL с диапазоном автоматического регулирования температуры от 50 °С до 1100 °С или другая аналогичная по техническим и метрологическим характеристикам;

Весы лабораторные ВЛ-224В, класс точности - I, (Max = 220 г, Min = 10 мг, *е* = 0,001г).

Гири классов Е1, Е2, F1, F2, M1, M1-2, M2, M2-3 иM3 по ГОСТ OIML R 111-1.

Стаканчики для взвешивания СН-34/12 по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1-250-ТС по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1-400-ТС по ГОСТ 25336.

Песчаная баня.

Колбы мерные 2-250-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 2-2-50 по ГОСТ 29169.

Пипетки 2-2-100 по ГОСТ 29169.

Воронки капельные ВК-100 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 3-50-2 по ГОСТ 1770.

Колбы конические Кн-2-250-50 ТС по ГОСТ 25336.

Тигель фарфоровый высокий № 3 по ГОСТ 9147.

Тигель фарфоровый высокий № 4 по ГОСТ 9147.

Эксикатор 2-180 по ГОСТ 25336, заполненный силикагелем ГОСТ 3956.

Бумажный фильтр обеззоленный «синяя лента» по ГОСТ 12026.

Часы.

Допускается использование других типов средств измерений, вспомогательного оборудования и лабораторной посуды с техническими и метрологическими характеристиками не ниже указанных в стандарте.

8.13.3 Требования к реактивам и растворам.

Соляная кислота по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см3, раствор с массовой долей 20 %.

Барий хлористый по ГОСТ 4108 раствор с массовой долей 5 %.

Метиловый оранжевый 0,1%-ный водный раствор по ГОСТ 4919.1.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Приготовление раствора бария хлористого с массовой долей 5 %.

Растворяют 25 г BaCl2 ∙ 2 Н2Ов горячей воде, охлаждают, разбавляют водой до 500 см3 и фильтруют через фильтр «синяя лента».

8.13.4 Порядок проведения анализа

Навеску продукта 5,0000 г, (при содержании SO3 до 10 %) или 2,5 г (при содержании SO3 больше 10 %), взятую с точностью до 0,001 г, переносят в стакан или коническую колбу, смачивают от 5 до 10 см3 воды, вливают 50 см3 соляной кислоты и кипятят 20 мин. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см3, доводят водой до метки, перемешивают и фильтруют через фильтр белая лента. Соответственно отбирают 50 см3 или от 10 до 25 см3 фильтрата, переносят в стакан вместимостью от 400 до 500 см3, разбавляют водой до 200 см3, нагревают до кипения и быстро приливают 25 см3 раствора бария хлористого, нагретого до кипения. Дают осадку собраться на дне стакана и проверяют полноту осаждения добавлением еще небольшого количества раствора бария хлористого так, чтобы не взмутить осадок. Если на поверхности раствора появится новый осадок, приливают еще раствор хлорида бария. Когда будет прибавлен избыток раствора бария хлористого, стакан накрывают часовым стеклом и оставляют его в теплом месте при температуре 30-400С. Осадку дают отстояться не менее 3 часов для того, чтобы сульфат бария полностью выделился из пересыщенного раствора.

Раствор фильтруют через фильтр «синяя лента». Осадок сульфата бария в стакане промывают горячей водой декантацией от 2 до 3 раз, переносят его на фильтр и промывают горячей водой до удаления хлор-иона (до слабой опалесценции фильтрата при пробе с раствором азотнокислого серебра). Фильтр с осадком переносят в прокаленный и взвешенный тигель, озоляют и прокаливают от 20 до 25 мин при температуре от 700 ˚С до 800 ˚С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

8.13.5 Обработка результатов анализа.

Массовую долю сульфатной серы в пересчете на S (*Х*) вычисляют по формуле, в процентах (%):

$X=\frac{m\_{1}×K×250×100}{m×V}$ (3)

где$ $

m – навеска анализируемого продукта, г;

$m\_{1}$– масса осадка сульфата бария, г;

*V* – объем раствора, взятого для анализа, см3;

*К –* коэффициент пересчета с BaSO4 на S - 0,1373.

Пп.8.6 и далее заменить нумерацию на 8.8 и далее по тексту.

**9 Транспортирование и хранение**

9.1 Суперфосфат транспортируют насыпью или в упакованном виде всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозок грузов, действующих на конкретном виде транспорта.

9.2 Суперфосфат в упакованном виде транспортируют железнодорожным транспортом, в автомашинах и транспортных тележках, оборудованных пологом, полностью закрывающим кузов, на закрытых палубах и в трюмах.

9.3 Суперфосфат насыпью транспортируют в крытых железнодорожных вагонах, в специальных саморазгружающихся вагонах, автомашинах и транспортных тележках, оборудованных пологом, полностью закрывающим кузов.

9.4 Суперфосфат, упакованный в специализированные контейнера, транспортируют в полувагонах в соответствии с техническими условиями погрузки и крепления грузов, с погрузкой и выгрузкой на подъездных путях грузоотправителей (грузополучателей).

9.5 Транспортирование продукта, предназначенного на экспорт, должно соответствовать требованиям договора (контракта) поставщика с внешнеэкономической организацией или иностранными потребителями.

9.6 Суперфосфат хранят в закрытых складских помещениях, исключающих попадание атмосферных осадков (дождь, снег) и грунтовых вод.

9.7 Окончательную приемку продукции ведут по массе продукта, загруженного в вагон, полувагон, автомашину и т.д.

10 Гарантии изготовителя

10.1 Изготовитель гарантирует соответствие суперфосфата требованиям настоящего Стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения, установленных настоящим Стандартом.

10.2 Гарантийный срок хранения суперфосфата - 12 месяцев со дня изготовления продукта. Для розничной торговли гарантийный срок хранения суперфосфата - 24 месяца со дня изготовления.

11 Указания по применению суперфосфата для розничной торговли

11.1 Суперфосфат - удобрение, содержащее питательные компоненты фосфор, азот может применяться на всех почвах под любые культуры.

Используется для основного (под) перекопку и местного (в лунки) внесения, а также для подкормок в период вегетации.

11.2 Доза внесения:

- под перекопку почвы осенью или весной на 1 м2  почвы от 40 г до 50 г;

- для подкормок на 1 м2 в сухом виде или в растворе от 15 г до 20 г;

-при посадке картофеля и рассады в каждую лунку с последующим перемешиванием с землей от 3 г до 4 г;

- под многолетние плодовые деревья при посадке от 400 г до 600 г на одну посадочную яму, для подкормки ранней весной и после цветения на 1 м2

 приствольного круга от 40 г до 60 г;

- в парниках и теплицах на 1 м2

 под перекопку грунта от 80 г до 100 г.

11.3 Нетоксичен, пожаро- и взрывобезопасен. Хранить в сухом месте, недоступном для детей и животных, отдельно от пищевых продуктов.

После работы с продуктом тщательно вымыть руки.

**Приложение А**

*(обязательное)*

**Форма документа о качестве**

**\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_**

наименование завода-изготовителя

Отдел технического контроля

**Документ о качестве № \_\_\_**

**СУПЕРФОСФАТ**

**СТ РК 2306-202Х**

|  |  |
| --- | --- |
| Производитель:  |  |
| Грузополучатель |  |
| Вагон (транспорт) №:  |  | Партия №:  |  |
| Род вагона (транспорта):  |  | Количество мест:  |  |
| Вес нетто:  |  | Вид упаковки:  |  |
| Вес брутто:  |  | Дата:  |  |

**Физико-химические показатели:**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Наименование показателя:  | Норма | Фактически |
| 1-й сорт | 2-й сорт |
| 1 Массовая доля усвояемых фосфатов в пересчетена Р2О5, % | 19 ± 1 | 15± 1 |  |
| 2 Массовая доля свободной кислоты в пересчете на Н3РО4, %, не более | 3 | 3 |  |
| 3 Массовая доля общего азота (N), % | 0÷3 | 0÷3 |  |
| 4 Массовая доля воды, %, не более | 3,0 | 3,0 |  |
| 5 Гранулометрический состав:Массовая доля гранул размером:от 0,5 до 4 мм, %, не менееменее 6 мм, % | 75100 | 75100 |  |
| 5 Статическая прочность гранул, МПа (кгс/см2), не менее | 1,0 (10) | 1,0 (10) |  |
| 6 Рассыпчатость, % | 100 | 100 |  |
| 7 Удельная активность природных радионуклидов, кБк/кг, не более | 4,0 | 4,0 |  |

**Заключение ОТК:** Соответствует СТ РК 2306-202Х, сорт

**Представитель ОТК:**

Начальник ОТК

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

(должность, подпись, ФИО)

Место штампа

**Библиография**

[1] Технический регламент «Требования к безопасности удобрений», утвержденный приказом Министра сельского хозяйства Республики Казахстан № 143 от 29.04.2020 г.

[2] Технический Регламент Таможенного Союза (ТР ТС 005/2011) «О безопасности упаковки». Решение Комиссии Таможенного союза от 16 августа 2011 г. № 769.

[3] Технический регламент «Требования к маркировке продукции», утвержденный приказом Министра торговли и интеграции Республики Казахстан от 21.02.2021 г. № 348-НҚ.

[4] Гигиенические нормативы к атмосферному воздуху в городских и сельских населенных пунктах, утв. приказом МНЭ РК № 168 от 28 февраля 2015 г.

Приложение 1. Предельно-допустимые концентрации загрязняющих веществ в атмосферном воздухе населенных мест.

Приложение 2. Предельно-допустимые концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны.

Гигиенические нормативы к физическим факторам, оказывающим воздействие на человека, утв. приказом Министра национальной экономики Республики Казахстан от 28 февраля 2015 года № 169. Категория работ.

Гигиенические нормативы к безопасности окружающей среды (почве), утв. приказом МНЭ РК № 452 от 25 июня 2015 г.

|  |
| --- |
| **МКС**  |
| **Ключевые слова:** суперфосфат, технические требования, массовая доля, методы контроля, транспортирование и хранение  |

|  |
| --- |
| **МКС**  |
| **Ключевые слова:** суперфосфат, технические требования, массовая доля, методы контроля, транспортирование и хранение |

**РАЗРАБОТЧИК**

РГП на ПХВ «Казахстанский институт стандартизации и метрологии» Комитета технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан

**Заместитель**

**Генерального директора С. Радаев**

**Руководитель**

**Департамента разработки**

**нормативно-технических документов А. Сопбеков**

**Специалист**

**Департамента разработки**

**нормативно-технических документов А. Зиятаева**