ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ПОЧВЫ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОДВИЖНЫХ СОЕДИНЕНИЙ ФОСФОРА И КАЛИЯ ПО МЕТОДУ МАЧИГИНА В МОДИФИКАЦИИ ЦИНАО

ГОСТ 26205—91

Издание официальное

12 р. 30 к. БЗ 4—92/359

КОМИТЕТ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 631.42:006.354 Группа С09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПОЧВЫ

Определение подвижных соединений фосфора и калия по методу Мачигина в модификации ЦИНАО

ГОСТ 26205—91

Soils. Determination of mobile compounds of phosphorus and potassium by Machigin method modified by CINAO

ОКСТУ 9709

Дата введения 01.07.93

Настоящий стандарт устанавливает метод определения подвижных соединений фосфора и калия в сероземах, серо-бурых, бурых, каштановых, черноземах и других почвах, вскрышных и вмещающих породах пустынной, полупустынной, сухостепной и степной зон, в карбонатных почвах других зон.

Стандарт не распространяется на почвенные горизонты, содержащие гипс.

Метод основан на извлечении подвижных соединений фосфора и калия из почвы раствором углекислого аммония концентрации 10 г/дм³ при отношении почвы к раствору 1 : 20 и последующем определении фосфора в виде синего фосфорно-молибденового комплекса на фотоэлектроколориметре и калия — на пламенном фотометре.

Предельные значения относительной погрешности результатов анализа для двусторонней доверительной вероятности $P = 0,95$ составляют в процентах:

30 — при массовой доле P_2O_5 в почве до 15 млн$^{-1}$;

20 — св. 15 млн$^{-1}$;

10 — при определении K_2O.

Общие требования к проведению анализов — по ГОСТ 29269.

1. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб для анализов проводят по ГОСТ 28168, ГОСТ 17.4.4.02 или ГОСТ 17.4.3.01 — в зависимости от целей исследований.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

2. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

Фотоэлектроколориметр.

Фотометр пламенный. Допускается использование газовой смеси состава пропан-бутан-воздух и сетевой газ-воздух.

pH-метр или иономер с погрешностью измерений не более 0,05 единицы pH.

Ротатор с оборотом на 360° и частотой вращения не менее 30—40 $мин^{-1}$ или взбалтыватель с возвратно-поступательным движением и частотой колебаний не менее 75 $мин^{-1}$.

Термостат с автоматической регулировкой температуры в пределах (25±2)°С или кондиционер.

Устройство нагревательное Н-1 (для колб) или другие нагревательные устройства.

Цилиндр или дозатор для отмеривания 100 $см^3$ экстрагирующего раствора.

Колбы конические или технологические емкости вместимостью не менее 150 $см^3$.

Колбы конические вместимостью не менее 100 $см^3$ из термостойкого стекла.

Воронки.

Пипетка или дозатор для отмеривания 15 $см^3$ проб растворов сравнения и вытяжек.

Бюретка вместимостью 10 $см^3$.

Бюретка или дозатор для отмеривания 2 $см^3$ смеси серной кислоты и марганцовокислого калия.

Цилиндр вместимостью 50 $см^3$ или дозатор для отмеривания 35 и 36 $см^3$ реактива Б.

Колбы мерные вместимостью 250 $см^3$ и 1 $дм^3$.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 25 % (молярной концентрации c (NH_4OH) = 13,4 моль/$дм^3$).

Аммоний углекислый по ГОСТ 3770 или аммоний углекислый кислый по ГОСТ 3762.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765.

Кислота аскорбиновая.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор концентрации 17,5 г/$дм^3$.

Калий сурьмяновиннокислый, ч.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Индикатор метиловый оранжевый по ТУ 6—09—5171—84, раствор концентрации 10 г/$дм^3$.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 30 % и растворы концентрации c ($^1/_2H_2SO_4$) = 5 и 6 моль/$дм^3$.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, титрованный раствор концентрации c (HCl) = 0,1 моль/$дм^3$, приготовленный по ГОСТ 25794.1.

Вода дистиллированная.
Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление экстрагирующего раствора — раствора углекислого аммония концентрации 10 г/дм³ с pH = 9,0

Для приготовления 1 дм³ раствора взвешивают (10,0±0,1) г углекислого аммония, растворяют его в воде и доводят объем до 1 дм³.

Если раствор готовят из кислого углекислого аммония и аммиака, предварительно уточняют концентрацию водного раствора аммиака. Для этого 1 см³ водного аммиака разбавляют водой в мерной колбе до 100 см³. Отбирают 20 см³ приготовленного раствора в коническую колбу, прибавляют 2 капли метилового оранжевого и титруют раствором соляной кислоты концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм³ до перехода желтой окраски в оранжевую. Молярную концентрацию раствора аммиака (c), моль/дм³, вычисляют по уравнению

$$c = \frac{c_1 \cdot V \cdot 100}{V_1},$$

где c_1 — концентрация раствора соляной кислоты, моль/дм³;
V — объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, см³;
V_1 — объем раствора аммиака, отобранный для титрования, см³;
100 — коэффициент разведения водного раствора аммиака перед титрованием.

Для приготовления 1 дм³ экстрагирующего раствора взвешивают (8,22±0,01) г кислого углекислого аммония, прибавляют 107,2 ммоль аммиака в виде водного раствора и доводят объем до метки водой. Объем водного раствора аммиака (V_2), содержащий 107,2 ммоль аммиака, вычисляют по уравнению

$$V_2 = \frac{107{,}2}{c},$$

где 107,2 — количество миллимолей аммиака;
c — молярная концентрация водного раствора аммиака, установленная титрованием, ммоль/см³.

Приготовленный экстрагирующий раствор тщательно перемешивают и измеряют его pH. Если pH<9,0 — к раствору прибавляют водный аммиак, если pH>9,0 — прибавляют углекислый аммоний или кислый углекислый аммоний. После установления требуемого значения pH титрованием проверяют концентрацию уг-

лекислого аммония в растворе. Для этого в три конические колбы отбирают по 5 см³ приготовленного раствора, прибавляют по 50 см³ воды, 2 капли метилового оранжевого и титруют раствором соляной кислоты концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм³ до перехода желтой окраски в оранжевую. Для вычисления используют среднее арифметическое значение результатов трех титрований. Точную концентрацию раствора углекислого аммония c ($^1/_2$ $(NH_4)_2CO_3$) (c_2), моль/дм³, вычисляют по уравнению

$$c_2 = \frac{c_1 V_3}{V_1},$$

где c_1 — концентрация раствора соляной кислоты, моль/дм;

V_3 — объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, см³;

V_1 — объем раствора углекислого аммония, отобранный для титрования, см³.

Допускается использование раствора углекислого аммония концентрации (0,198—0,202) моль/дм³. Если концентрация приготовленного раствора выше заданной, добавляют дистиллированную воду. Если концентрация ниже заданной, добавляют углекислый аммоний или кислый углекислый аммоний и аммиак. Затем снова измеряют pH и проверяют концентрацию титрованием. Процесс повторяют до установления требуемых значений pH и концентрации.

3.2. Приготовление смеси растворов серной кислоты и марганцовокислого калия

Растворы серной кислоты с массовой долей 30 % и марганцовокислого калия концентрации 17,5 г/дм³ смешивают в отношении 1:2,5.

Раствор готовят в день проведения анализа.

3.3. Приготовление окрашивающего раствора для определения фосфора с окислением органического вещества

3.3.1. *Приготовление реактива А*

(6,0±0,1) г молибденовокислого аммония и (0,15±0,01) г сурьмяновиннокислого калия растворяют соответственно в 200 и 100 см³ воды при слабом нагревании. Охлажденные растворы приливают к 500 см³ раствора серной кислоты концентрации c ($^1/_2H_2SO_4$) = 5 моль/дм³ и доводят объем водой до 1 дм³.

Раствор хранят в склянке из темного стекла.

3.3.2. *Приготовление реактива Б*

(2,5+0,1) г аскорбиновой кислоты растворяют в 220 см³ реактива А, приготовленного по п. 3.3.1, и доводят объем водой до 1 дм³.

Раствор готовят в день проведения анализа.

3.4. Приготовление окрашивающего раствора для определения фосфора без окисления органического вещества

3.4.1. *Приготовление реактива А*

(6,0±0,1) г молибденовокислого аммония и (0,15±0,01) г сурьмяновиннокислого калия растворяют соответственно в 200 и 100 см³ воды при слабом нагревании. Охлажденные растворы приливают к 500 см³ раствора серной кислоты концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 6 моль/дм³ и доводят объем водой до 1 дм³.

Раствор хранят в склянке из темного стекла.

3.4.2. *Приготовление реактива Б*

(1,20±0,01) г аскорбиновой кислоты растворяют в 220 см³ реактива А, приготовленного по п. 3.4.1, и доводят объем водой до 1 дм³.

Раствор готовят в день проведения анализа.

3.5. Приготовление раствора с концентрацией P_2O_5 0,1 г/дм³ и K_2O 0,5 г/дм³

(0,192±0,001) г однозамещенного фосфорнокислого калия и (0,686±0,001) г хлористого калия помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и растворяют в экстрагирующем растворе, доводя объем до метки.

Раствор хранят не более 3 мес.

3.6. Приготовление серии растворов сравнения

В мерные колбы вместимостью 250 см³ помещают указанные в табл. 1 объемы раствора, приготовленного по п. 3.5. Объемы растворов доводят до метки экстрагирующим раствором.

Таблица 1

Характеристика раствора	Номер раствора сравнения						
Объем раствора, приготовленного по п. 3.5, см³	0	1,0	2,0	3,0	5,0	7,5	10
Концентрация P_2O_5 в растворах сравнения, г/дм³	0	0,0004	0,0008	0,0012	0,002	0,003	0,004
Массовая доля P_2O_5 в почве, млн$^{-1}$	0	8,0	16	24	40	60	80
Концентрация K_2O в растворах сравнения, г/дм³	0	0,002	0,004	0,006	0,010	0,015	0,020
Массовая доля K_2O в почве, млн$^{-1}$	0	40	80	120	200	300	400

Растворы сравнения хранят не более 15 дней.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Приготовление вытяжки из почвы

Пробы почвы массой (5,0±0,1) г помещают в конические колбы или технологические емкости. К пробам приливают по 100 см³ экстрагирующего раствора. Почву с раствором перемешивают в течение 5 мин и оставляют на 18—20 ч при температуре (25±2)°С. Затем суспензии взбалтывают вручную и фильтруют через бумажные фильтры.

4.2. Определение фосфора

4.2.1. *Окрашивание растворов при определении фосфора с окислением органического вещества*

Отбирают по 15 см³ растворов сравнения и вытяжек в конические колбы или пробирки из термостойкого стекла. К пробам прибавляют по 2 см³ смеси серной кислоты и марганцовокислого калия и кипятят растворы в течение 2 мин с момента полного закипания. После охлаждения прибавляют по 36 см³ реактива Б, приготовленного по п. 3.3.2.

4.2.2. *Окрашивание растворов при определении фосфора без окисления органического вещества*

Отбирают по 15 см³ растворов сравнения и вытяжек. К пробам прибавляют по 35 см³ реактива Б, приготовленного по п. 3.4.2.

4.2.3. *Фотометрирование растворов*

Окрашенные растворы фотометрируют не ранее чем через 10 мин и не позднее чем через 2,5 ч после прибавления реактива Б. Фотометрирование проводят в кювете с толщиной просвечиваемого слоя 1,5—2 см относительно раствора сравнения N 1 при длине волны 710 нм или используя красный светофильтр с максимумом пропускания в области 600—750 нм.

4.3. Определение калия

Калий определяют на пламенном фотометре, используя светофильтр с максимумом пропускания в области 766—770 нм.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Содержание P_2O_5 и K_2O в почве определяют непосредственно по градуировочному графику. Построение градуировочного графика — по ГОСТ 29269.

5.2. Допускаемые относительные отклонения от аттестованного значения стандартного образца для двусторонней доверительной вероятности $P=0,95$ при определении P_2O_5 указаны в табл. 2.

5.3. Допускаемые относительные отклонения от аттестованного значения стандартного образца для двусторонней доверительной вероятности $P=0,95$ при определении K_2O составляют 10 %.

Таблица 2

Массовая доля P_2O_5 в почве, $мкг^{-1}$	Допускаемые отклонения, %
До 15	30
Св. 15 до 30	20
» 30	15

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Всесоюзным производственно-научным объединением «Союзсельхозхимия»

РАЗРАБОТЧИКИ

Л. М. Державин, С. Г. Самохвалов (руководитель разработки), **Н. В. Соколова, А. Н. Орлова, К. А. Хабарарова, Ю. В. Соколова, А. А. Мавлянов, Г. К. Кондратьева**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 29.12.91 № 2389

3. **Срок проверки — 1996 г.**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 26205—84**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 17.4.3.01—83	1
ГОСТ 17.4.4.02—84	1
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 3760—79	2
ГОСТ 3762—78	2
ГОСТ 3765—78	2
ГОСТ 3770—75	2
ГОСТ 4198—75	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4234—77	2
ГОСТ 12026—76	2
ГОСТ 20490—75	2
ГОСТ 25794.1—83	2
ГОСТ 28168—89	1
ГОСТ 29269—91	Вводная часть, 5
ТУ 6—09—5171—84	2

Редактор *Т. И. Василенко*
Технический редактор *В. Н. Малькова*
Корректор *Е. И. Морозова*

Сдано в наб. 16.03.92. Подп. к печ. 20.07.92. Усл. п. л. 0,75. Усл. кр.-отт. 0,75. Уч.-изд. л. 0,51. Тираж 529 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1080

gost.e-ecolog.ru