УДК 622.331.001.4:006.354 Группа А19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ТОРФ И ПРОДУКТЫ ЕГО ПЕРЕРАБОТКИ ДЛЯ СЕЛЬСКОГО ХОЗЯЙСТВА

Методы определения подвижных форм фосфора

Peat and products of its processing for agriculture. Methods for determination of mobile forms of phosphorus

ГОСТ 27894.5—88

ОКСТУ 0309

Срок действия с 01.01.90
до 01.01.2000

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на торф и продукты его переработки для сельского хозяйства и устанавливает методы определения подвижных форм фосфора.

Методы основаны на извлечении подвижных форм фосфора из торфа и торфяной продукции раствором соляной кислоты молярной концентрации 0,2 моль/дм^3 и последующем определении в вытяжке фосфора в виде синего фосфорно-молибденового комплекса на фотоэлектроколориметре. В качестве восстановителя фосфорно-молибденового комплекса используют сернокислый гидразин или аскорбиновую кислоту.

При возникновении разногласий в оценке массовой доли подвижных форм фосфора испытания проводят по методу с использованием аскорбиновой кислоты.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 27894.0.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФОСФОРА С ПОМОЩЬЮ ГИДРАЗИНА СЕРНОКИСЛОГО

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г и 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Фотоэлектроколориметр по ГОСТ 12083.

Издание официальное gost.e-ecolog.ru Перепечатка воспрещена

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см³, раствор концентрации c (HCl) = 0,2 моль/дм³ (0,2 н).

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см³.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, перекристаллизованный, раствор с массовой долей 2,5 %.

Гидразин сернокислый (сульфат гидразина) по ГОСТ 5841, раствор с массовой долей 1%.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198, перекристаллизованный и высушенный до постоянной массы при температуре 105 °С.

Основной образцовый раствор А калия фосфорнокислого.

Рабочий образцовый раствор Б калия фосфорнокислого.

2.2. Подготовка к испытанию

2.2.1. *Приготовление раствора соляной кислоты концентрации 0,2 моль/дм³ (0,2 н)*

16,4 см³ соляной кислоты плотностью 1,19 г/см³ (или 18,2 см³ плотностью 1,17 г/см³) помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, содержащую 500—600 см³ дистиллированной воды, и доводят объем дистиллированной водой до метки.

2.2.2. *Приготовление раствора молибденовокислого аммония $(NH_4)_6Mo_7O_{24}\cdot 4\ H_2O$) с массовой долей 2,5 % в растворе серной кислоты концентрации $c(\frac{1}{2}H_2SO_4) = 10$ моль/дм³ (10 н)*

Навеску массой (12,5±0,1) г аммония молибденовокислого растворяют в 100 см³ подогретой до 50—60 °С дистиллированной воды. К 200 см³ дистиллированной воды добавляют 140 см³ серной кислоты плотностью 1,84 г/см³ и после охлаждения переносят в мерную колбу вместимостью 0,5 дм³. В нее же, постепенно перемешивая, выливают раствор аммония молибденовокислого, доводят объем до метки и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой или кварцевой посуде не более месяца при температуре от 5 до 10 °С (в холодильнике). Перекристаллизацию молибденовокислого аммония проводят следующим образом: (200,0±0,1) г сухого реактива растворяют в 300 см³ подогретой до 50—60 °С дистиллированной воды и приливают водный раствор аммиака с массовой долей 25% до появления слабого запаха. Затем горячий раствор фильтруют, быстро охлаждают и оставляют на 18—20 ч, после чего жидкость вновь отфильтровывают, а выпавшие кристаллы высушивают на воздухе между листами фильтровальной бумаги (выход 50—60%).

2.2.3 *Приготовление раствора гидразина сернокислого ($N_2H_4\cdot H_2SO_4$) в массовой долей 1%*

Навеску массой (5,0±0,1) г гидразина сернокислого растворяют в 200 см³ подогретой до 40—50 °С дистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доводят объем до метки водой.

2.2.4. *Приготовление основного образцового раствора А калия фосфорнокислого однозамещенного (KH_2PO_4) массовой концентрации 0,1 мг/см³*

Навеску массой (0,1917±0,0002) г однозамещенного фосфата калия растворяют в 500—600 см³ дистиллированной воды с несколькими каплями серной кислоты концентрации $c(^1/_2H_2SO_4)$ = =5 моль/дм³ (5 н) и в мерной колбе вместимостью 1 дм³ доводят объем раствора до метки водой. В 1 см³ раствора А содержится 0,1 мг P_2O_5.

2.2.5. *Приготовление рабочего образцового раствора Б калия фосфорнокислого однозамещенного массовой концентрации 0,01 мг/см³*

Раствор готовят разбавлением основного образцового раствора А дистиллированной водой в 10 раз (в мерную колбу вместимостью 1 дм³ помещают 100 см³ раствора А и доводят объем до метки водой). Рабочий образцовый раствор Б применяют для приготовления шкалы образцовых растворов. В 1 см³ раствора Б содержится 0,01 мг P_2O_5. Готовят его непосредственно перед анализом.

2.2.6. *Приготовление шкалы образцовых растворов и построение градуировочного графика*

Из раствора Б, приготовленного по п. 2.2.5, готовят серию эталонных растворов. Для этого в мерные колбы вместимостью 50 см³ наливают из бюретки объем раствора Б, указанный в табл. 1, добавляют 30 см³ дистиллированной воды, 5 см³ раствора аммония молибденовокислого с массовой долей 2,5 % в растворе серной кислоты концентрации $c(^1/_2H_2SO_4)$ = 10 моль/дм³ (10 н), 2 см³ раствора гидразина сернокислого с массовой долей 1% и дистиллированную воду до метки, тщательно перемешивая содержимое колб после прибавления каждого реактива. Затем колбы опускают в кипящую водяную баню на 15 мин. После охлаждения содержимое колб неоднократно перемешивают и по истечении 1—2 ч измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром при длине волны 650 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 или 20 мм, используя в качестве эталона сравнения кювету с контрольным раствором.

Контрольный раствор готовят следующим образом: 25—30 см³ дистиллированной воды помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 5 см³ раствора аммония молибденовокислого в серной кислоте, затем 2 см³ раствора гидразина сернокислого и дистиллированную воду до метки, тщательно перемешивая содержимое колбы после добавления каждого реактива. Колбу опускают в кипящую водяную баню на 15 мин, как описано выше. Контрольный раствор должен иметь желтую окраску, а фосфоросодержащие растворы — от зеленовато-желтой до желто-зеленой. Окраска устойчива в течение 24 ч.

На основании показаний прибора строят градуировочный график согласно табл. 1, откладывая по оси абсцисс значения массы фосфора в миллиграммах, а по оси ординат — соответствующие им значения оптической плотности. Градуировочный график проверяют по трем точкам перед каждым испытанием.

Таблица 1

Номер колб эталонного раствора	Объем раствора Б, $см^3$	Масса P_2O_5 в 50 $см^3$ эталонного раствора, мг
1	0,5	0,005
2	1,0	0,010
3	2,0	0,020
4	4,0	0,040
5	8,0	0,080
6	12,0	0,120
7	16,0	0,160
8	20,0	0,200

2.3. Проведение испытания

Навеску массой (5,00±0,01) г торфяной продукции помещают в колбу вместимостью 250 $см^3$ и приливают 250 $см^3$ раствора соляной кислоты концентрации 0,2 моль/$дм^3$, перемешивают и настаивают 18—20 ч. Затем суспензию переносят на бумажный фильтр и фильтруют. Пипеткой отбирают 2—5 $см^3$ фильтрата, переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, добавляют 30 $см^3$ дистиллированной воды, 5 $см^3$ раствора аммония молибденовокислого с массовой долей 2,5 % в растворе серной кислоты концентрации $c(^1/_2H_2SO_4)=10$ моль/$дм^3$ (10 н), 2 $см^3$ гидразина сернокислого с массовой долей 1%, тщательно перемешивая после добавления каждого реактива. Объем в колбе доводят до метки дистиллированной водой. После перемешивания колбы опускают в кипящую водяную баню на 15 мин. После охлаждения содержимое колб неоднократно перемешивают и через 1—2 ч определяют оптическую плотность окрашенных растворов на фотоэлектроколориметре в соответствии с п. 2.2.6.

При получении интенсивно окрашенных растворов необходимо определение фосфора повторить, предварительно разбавив испытуемый раствор (фильтрат) в 5—10 раз дистиллированной водой. При проведении расчетов следует ввести соответствующую поправку на разбавление.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. По результатам измерения оптической плотности растворов, полученных при анализе вытяжек из торфяной продукции, с помощью градуировочного графика находят массовую долю фосфора.

Массу фосфора в пересчете на P_2O_5 (X) в миллиграммах на 100 г торфяной продукции при натуральной влаге вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 250 \cdot K' \cdot 100}{V \cdot m_1},$$

где m — масса фосфора, соответствующая на градуировочном графике отсчету на фотоэлектроколориметре, мг;

250 — объем раствора соляной кислоты концентрации 0,2 моль/дм³ (0,2 н), приливаемой к навеске исследуемого материала, см³;

K' — поправка на разбавление фильтрата;

V — объем фильтрата, взятый на определение, см³;

m_1 — масса навески торфяной продукции, г.

2.4.2. Массу фосфора в пересчете на P_2O_5 (X_1) в миллиграммах на 100 г сухого вещества вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{X \cdot 100}{100 - W},$$

где W — массовая доля влаги в торфяной продукции, %.

2.4.3. Абсолютное допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности P=0,95 не должно превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

мг

Масса P_2O_5	Абсолютное допускаемое расхождение	
	в одной лаборатории (по одной пробе)	в разных лабораториях (по дубликатам одной лабораторной пробы)
До 100	15	30
От 100 » 500	25	50
» 500 » 1000	50	100
Св. 1000	100	200

2.4.4. Массовую долю фосфора в пересчете на P_2O_5 (X_2) в процентах на сухое вещество вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{X_1}{1000}.$$

3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА С ПОМОЩЬЮ АСКОРБИНОВОЙ КИСЛОТЫ

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г и 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Фотоэлектроколориметр по ГОСТ 12083.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см³, раствор концентрации $c(HCl) = 0{,}2$ моль/дм³.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см³ и раствор концентрации $c(^1/_2H_2SO_4) = 5$ моль/дм³ (5 н).

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765 перекристаллизованный.

Калий сурьмяновиннокислый (антимонилтартрат) по ТУ 6—09—803.

Кислота аскорбиновая.

Реактив 1.

Реактив 2.

Основной образцовый раствор А калия фосфорнокислого.

3.2. Подготовка к испытанию

3.2.1. *Приготовление раствора соляной кислоты концентрации $c(HCl) = 0{,}2$ моль/дм³* — по п. 2.2.1.

3.2.2. *Приготовление раствора серной кислоты концентрации $c(^1/_2H_2SO_4) = 5$ моль/дм³ (5 н)*

140 см³ серной кислоты плотностью 1,84 г/см³ вливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, содержащую 200 см³ дистиллированной воды, охлаждают до комнатной температуры и доводят объем до метки водой.

3.2.3. *Приготовление реактива 1*

Навеску массой (6,0±0,1) г молибденовокислого аммония растворяют в 200 см³ дистиллированной воды.

Навеску массой (0,1454±0,0002) г сурьмяновиннокислого калия $K(SbO)C_4H_4O_6 \cdot {}^1/_2H_2O$ растворяют в 100 см³ дистиллированной воды.

Оба раствора готовят при слабом нагревании. Охлажденные растворы добавляют к 500 см³ раствора серной кислоты концентрации $c(^1/_2H_2SO_4) = 5$ моль/дм³ (5 н). Раствор перемешивают и доводят объем дистиллированной водой до 1 дм³. Реактив готовят заранее и хранят в темной склянке в холодильнике при температуре от 5 до 10 °С.

3.2.4. *Приготовление реактива 2*

Навеску массой (0,8870±0,0002) г аскорбиновой кислоты ($C_6H_8O_6$) растворяют в 169 см³ реактива 1 и доводят объем дистиллированной водой до 1 дм³. Реактив готовят ежедневно.

3.2.5. *Приготовление основного образцового раствора А калия фосфорнокислого однозамещенного (KH_2PO_4)* — по п. 2.2.4.

3.2.6. *Приготовление шкалы образцовых растворов и построение градуировочного графика*

Из основного образцового раствора А готовят серию рабочих растворов. Для этого в мерные колбы вместимостью 50 см³ из бюретки последовательно наливают объем раствора А, указанный

в табл. 3, и объем доводят до метки раствором соляной кислоты концентрации 0,2 моль/дм³ (0,2 н).

В день проведения анализа из рабочих растворов берут по 2,5 см³ из каждой колбы и переносят в мерные колбы вместимостью 50 см³, добавляют по 47,5 см³ реактива 2 и хорошо перемешивают. Не ранее чем через 10 мин колориметрируют окрашенные растворы с красным светофильтром при длине волны 650 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 или 20 мм, используя в качестве эталона сравнения кювету с контрольным раствором. На основании полученных показаний прибора строят градуировочный график согласно табл. 3, откладывая по оси абсцисс значения массы P_2O_5 в миллиграммах, а по оси ординат — соответствующие им значения оптической плотности.

Таблица 3

Номер колбы эталонного раствора	Объем раствора А, см³	Масса P_2O_5 в 1 см³ рабочего раствора, мг	Объем рабочего раствора, см³	Масса P_2O_5 в 50 см³ эталонного раствора, мг
1	1,0	0,002	2,5	0,0050
2	2,5	0,005	2,5	0,0125
3	5,0	0,010	2,5	0,0250
4	10,0	0,020	2,5	0,0500
5	15,0	0,030	2,5	0,0750
6	20,0	0,040	2,5	0,1000
7	30,0	0,060	2,5	0,1500
8	40,0	0,080	2,5	0,2000

3.3. Проведение испытания

Определение фосфора проводят в фильтратах, полученных по п. 2.3. Пипеткой отбирают 2,5 см³ фильтрата, переносят в мерные колбы вместимостью 50 см³ и приливают 47,5 см³ реактива 2 (раствор молибденовокислого аммония с аскорбиновой кислотой и сурьмяновиннокислым калием). Через 30 мин определяют оптическую плотность окрашенных растворов на фотоэлектроколориметре в соответствии с п. 3.2.6. В случае высокой концентрации фосфора в фильтрате необходимо определение его повторить, предварительно разбавив испытуемый фильтрат в 5—10 раз дистиллированной водой. При проведении расчетов следует ввести соответствующую поправку на разбавление.

3.4. Обработка результатов

Обработку результатов проводят в соответствии с п. 2.4.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством топливной промышленности РСФСР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Л. М. Кузнецова (руководитель разработки), канд. биол. наук; **Б. П. Морозов** (руководитель темы); **В. Н. Булганина**, канд. техн. наук; **А. А. Веденина**, канд. с.-х. наук; **Г. П. Симонова**, канд. биол. наук; **И. А. Карлина**; **Л. И. Розанова**; **В. М. Петрович** (руководитель разработки); **Н. К. Шорох**; **О. А. Краснова**; **Т. В. Агеева**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22.11.88 № 3771

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 3118—77	2.1
ГОСТ 3765—78	2.1, 3.1
ГОСТ 4198—75	2.1
ГОСТ 4204—77	2.1, 3.1
ГОСТ 5841—74	2.1
ГОСТ 12083—78	2.1, 3.1
ГОСТ 24104—88	2.1, 3.1
ГОСТ 27894.0—88	1
ТУ 6—09—603—86	3.1

gost.e-ecolog.ru