к ГОСТ 27753.6—88 Грунты тепличные. Методы определения водорастворимого калия

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 2.2.1.2 Пункт 3.2.1.1	ГОСТ 24753.0 (7,546±0,001) г	ГОСТ 27753.0 (7,456±0,001) г

(ИУС № 4 1990 г.)

gost.e-ecolog.ru

УДК 624.131.371:631:006.354 Группа С09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГРУНТЫ ТЕПЛИЧНЫЕ

Методы определения водорастворимого калия

ГОСТ 27753.6—88

Greenhouse grounds.
Methods for determination
of water-soluble potassium

ОКСТУ 0017

Срок действия с 01.01.90
до 01.01.95

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на тепличные грунты и устанавливает пламенно-фотометрический и ионометрический методы определения калия в водной вытяжке с целью оценки обеспеченности растений калием.

Предельные значения суммарной относительной погрешности результатов анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ составляют:

для пламенно-фотометрического метода:

30 % — в диапазоне концентраций K_2O до 200 млн$^{-1}$ (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества до 30 % и до 400 млн$^{-1}$ (мг/кг) — для грунтов с массовой долей органического вещества свыше 30 %;

20 % —в диапазоне концентраций K_2O свыше 200 млн$^{-1}$ (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества до 30 % и свыше 400 млн$^{-1}$ (мг/кг) — для грунтов с массовой долей органического вещества свыше 30 %;

для ионометрического метода:

30 % — в диапазоне концентраций K_2O до 500 млн$^{-1}$ (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества до 30 % и до 1000 млн$^{-1}$ (мг/кг) — для грунтов с массовой долей органического вещества свыше 30 %;

16 % — в диапазоне концентраций K_2O свыше 500 млн$^{-1}$ (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества до 30 % и свыше 1000 млн$^{-1}$ (мг/кг) — для грунтов с массовой долей органического вещества свыше 30 %.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

Общие требования к выполнению анализов — по ГОСТ 27753.0.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

Метод отбора проб — по ГОСТ 27753.1.

2. ПЛАМЕННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАЛИЯ

Сущность метода заключается в измерении интенсивности излучения атомов калия с помощью пламенного фотометра.

2.1. **Аппаратура и реактивы**

Фотометр пламенный с монохроматором или интерференционными светофильтрами с максимумом пропускания в области длин волн 766—770 нм. Допускается использование газовой смеси состава пропан—бутан—воздух и сетевой газ-воздух.

Бюретка вместимостью 10 см³, исполнение 1 по ГОСТ 20292.

Емкости технологические или стаканы химические вместимостью 50 см³ по ГОСТ 25336.

Колбы мерные вместимостью 100 и 1000 см³ по ГОСТ 1770.

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

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

2.2. **Подготовка к анализу**

2.2.1. Приготовление растворов сравнения

2.2.1.1. *Приготовление исходного раствора с массовой концентрацией K_2O 2 г/дм³*

(3,168±0,001) г хлористого калия, прокаленного до постоянной массы при температуре 500 °С, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и растворяют в воде, доводя объем раствора до метки.

Раствор хранят не более 1 года.

2.2.1.2. *Приготовление серии растворов сравнения*

Серию растворов сравнения готовят по ГОСТ 24753.0.

Объемы исходного раствора, необходимые для приготовления серии растворов сравнения, указаны в табл. 1.

Растворы сравнения допускается хранить не более 1 мес.

2.3. **Проведение анализа**

2.3.1. Приготовление водной вытяжки из грунтов

Для анализа используют фильтраты вытяжек, приготовленных по ГОСТ 27753.2.

2.3.2. Определение калия

Калий определяют по аналитическим линиям 766,5 и 769,9 нм.

Таблица 1

Характеристика раствора	Номер раствора сравнения							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Объем исходного раствора, см³	0	0,5	1,0	1,5	2,0	3,0	4,0	5,0
Массовая концентрация K_2O в растворе сравнения, г/дм³	0	0,010	0,020	0,030	0,040	0,060	0,080	0,100
В пересчете в массовую долю в грунте млн$^{-1}$, (мг/кг):								
при отношении грунта и воды 1:5	0	50	100	150	200	300	400	500
при отношении грунта и воды 1:10	0	100	200	300	400	600	800	1000

Растворы сравнения и анализируемые вытяжки помещают в технологические емкости или химические стаканы, вводят в пламя и регистрируют показания прибора.

2.4. **Обработка результатов**

2.4.1. Построение градуировочного графика — по ГОСТ 27753.0.

Градуировочный график имеет параболический характер и проходит через начало координат. По градуировочному графику определяют массовую долю K_2O в анализируемом грунте в миллионных долях.

2.4.2. Допускаемые относительные отклонения при доверительной вероятности $P=0,95$ результатов двух повторных анализов от их среднего арифметического при выборочном контроле составляют:

21 % — в диапазоне концентраций K_2O до 200 млн$^{-1}$ (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества до 30 % и до 400 млн$^{-1}$ (мг/кг) — для грунтов с массовой долей органического вещества свыше 30 %;

14 % — в диапазоне концентраций K_2O свыше 200 млн$^{-1}$ (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества до 30 % и свыше 400 млн$^{-1}$ (мг/кг) — для грунтов с массовой долей органического вещества свыше 30 %.

3. ИОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАЛИЯ

Сущность метода заключается в измерении разности потенциалов калийного ионоселективного электрода и электрода сравнения, значение которой зависит от концентрации ионов калия в раство-

ре. В качестве электрода сравнения используют хлорсеребряный электрод. Для предотвращения загрязнения анализируемого раствора хлористым калием из солевого контакта электрода сравнения применяют переходную электролитическую ячейку, заполненную раствором хлористого натрия молярной концентрации c (NaCl) = = 1 моль/дм³.

3.1. Аппаратура и реактивы

Иономер, pH-метр милливольтметр или аналогичный прибор с погрешностью измерений не более 5 мВ.

Ионоселективный калийный электрод типа ЭМ-К-01 или аналогичный электрод на основе валиномицина, имеющий такие же метрологические характеристики.

Электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный образцовый 2-го разряда по ГОСТ 17792 или аналогичный электрод, имеющий такие же метрологические характеристики.

Электролитическая ячейка, заполненная раствором хлористого натрия молярной концентрации c (NaCl) = 1 моль/дм³.

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

Емкости технологические или стаканы химические вместимостью 50 см³ по ГОСТ 25336.

Колбы мерные вместимостью 1000 см³ по ГОСТ 1770.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, раствор молярной концентрации c (NaCl) = 1 моль/дм³.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

3.2. Подготовка к анализу

3.2.1. Приготовление растворов сравнения

3.2.1.1. Приготовление исходного раствора молярной концентрации c (KCl) = 0,1 моль/дм³ (pC_{K} = 1).

(7,546±0,001) г хлористого калия, прокаленного до постоянной массы при температуре 500 °С, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и растворяют в воде, доводя объем раствора до метки.

Раствор хранят не более 1 года.

3.2.1.2. *Приготовление серии растворов сравнения*

Серию растворов сравнения готовят по ГОСТ 27753.0 в день проведения анализа.

3.2.2. Подготовка электродов к работе

Калийный ионоселективный электрод и электрод сравнения готовят к работе в соответствии с инструкциями заводов-изготовителей. К подготовленному электроду сравнения присоединяют электролитическую ячейку, заполненную раствором хлористого натрия молярной концентрации c (NaCl) = 1 моль/дм³. Раствор хлористого натрия в электролитической ячейке ежедневно заменяют свежим.

Проверка крутизны характеристики калийного ионоселективного электрода должна проводиться в соответствии с техническим описанием и инструкцией по технике эксплуатации электрода.

В перерывах между работой калийный ионоселективный электрод хранят в сухом состоянии, а электрод сравнения — в воде. Электролитическую ячейку освобождают от раствора хлористого натрия и промывают водой.

3.3. **Проведение анализа**

3.3.1. Приготовление водной вытяжки из грунтов

Для анализа используют фильтраты вытяжек, приготовленных по ГОСТ 27753.2.

3.3.2. Определение калия

В химические стаканы отливают по 15—20 $см^3$ растворов сравнения и анализируемых вытяжек. Электродную пару погружают в растворы сравнения и измеряют ЭДС в милливольтах. Измерения начинают с раствора сравнения молярной концентрации c (KCl)=0,0001 моль/$дм^3$ ($pC_К$ =4). Показания прибора считывают не ранее чем через 1 мин. После измерения ЭДС в растворах сравнения электродную пару тщательно промывают дистиллированной водой, промокают фильтровальной бумагой и приступают к измерению ЭДС в анализируемых вытяжках. При переносе из одной вытяжки в другую электроды промывают водой и промокают фильтровальной бумагой. После высоких концентраций калия электроды выдерживают в воде в течение 3—4 мин.

3.4. **Обработка результатов**

3.4.1. Построение градуировочного графика — по ГОСТ 27753.0.

Градуировочный график имеет линейную зависимость в диапазоне от 2 до 4 единиц $pC_К$. По градуировочному графику определяют $pC_К$ анализируемых вытяжек. Массовую долю K_2O в грунте определяют по табл. 2 и 3. Результат анализа выражают в миллионных долях.

Таблица 2

Пересчет $pC_К$ в массовую долю K_2O в грунте при отношении грунта и воды 1:5, $млн^{-1}$ (мг/кг)

$pC_К$	Сотые доли $pC_К$									
	0,00	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09
2,0	2344	2291	2239	2188	2138	2089	2042	1995	1950	1905
2,1	1862	1820	1778	1738	1698	1660	1622	1585	1549	1514
2,2	1479	1445	1413	1380	1349	1318	1288	1259	1230	1202
2,3	1175	1148	1122	1096	1072	1047	1023	1000	977	955

Продолжение табл. 2

pC_K	Сотые доли pC_K									
	0,00	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09
2,4	933	912	891	871	851	832	813	794	776	759
2,5	741	724	708	692	676	661	646	631	617	603
2,6	589	575	562	550	537	525	513	501	490	479
2,7	468	457	447	437	427	417	407	398	389	380
2,8	372	363	355	347	339	331	324	316	309	302
2,9	295	288	282	275	269	263	257	251	245	240
3,0	234	229	224	219	214	209	204	200	195	191
3,1	186	182	178	174	170	166	162	158	155	151
3,2	148	145	141	138	135	132	129	126	123	120
3,3	117	115	112	110	107	105	102	100	98	95
3,4	93	91	89	87	85	83	81	79	78	76
3,5	74	72	71	69	68	66	65	63	62	60
3,6	59	58	56	55	54	52	51	50	49	48
3,7	47	46	45	44	43	42	41	40	39	38
3,8	37	36	35	35	34	33	32	31	31	30
3,9	30	29	28	28	27	26	26	25	25	24

Таблица 3

Пересчет pC_K в массовую долю K_2O в грунте при отношении грунта и воды 1:10, млн$^{-1}$ (мг/кг)

pC_K	Сотые доли pC_K									
	0,00	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09
2,0	4677	4571	4467	4365	4266	4169	4074	3981	3890	3802
2,1	3715	3631	3548	3467	3388	3311	3236	3162	3090	3020
2,2	2951	2884	2818	2754	2692	2630	2570	2512	2455	2399
2,3	2344	2291	2239	2188	2138	2089	2042	1995	1950	1905
2,4	1862	1820	1778	1738	1698	1660	1622	1585	1549	1514
2,5	1479	1445	1413	1380	1349	1318	1288	1259	1230	1202
2,6	1175	1148	1122	1096	1072	1047	1023	1000	977	955
2,7	933	912	891	871	851	832	813	794	776	759
2,8	741	724	708	692	676	661	646	631	617	603
2,9	589	575	562	550	537	525	513	501	490	479
3,0	468	457	447	437	427	417	407	398	389	380
3,1	372	363	355	347	339	331	324	316	309	302
3,2	295	288	282	275	269	263	257	251	245	240
3,3	234	229	224	219	214	209	204	200	195	191
3,4	186	182	178	174	170	166	162	158	155	151
3,5	148	145	141	138	135	132	129	126	123	120
3,6	117	115	112	110	107	105	102	100	98	95
3,7	93	91	89	87	85	83	81	79	78	76
3,8	74	72	71	69	68	66	65	63	62	60
3,9	59	58	56	55	54	52	51	50	49	48

3.4.2. Допускаемые относительные отклонения при доверительной вероятности $P=0{,}95$ результатов двух повторных анализов от их среднего арифметического при выборочном контроле составляют:

21 % — в диапазоне концентраций K_2O до 500 млн$^{-1}$ (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества до 30 % и до 1000 млн$^{-1}$ (мг/кг) — для грунтов с массовой долей органического вещества свыше 30 %;

11 % — в диапазоне концентраций K_2O свыше 500 млн$^{-1}$ (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества до 30 % и свыше 1000 млн$^{-1}$ (мг/кг) — для грунтов с массовой долей органического вещества свыше 30 %.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Государственным агропромышленным комитетом СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

С. Г. Самохвалов (руководитель темы), канд. с.-х. наук; Н. В. Соколова, Н. В. Василевская, канд. с.-х. наук; А. П. Плешкова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Госстандарта СССР от 23.12.88 № 4568

3. **СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ — 1993 г.**

4. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 1770—74	2.1; 3.1
ГОСТ 4198—75	2.1
ГОСТ 4233—77	3.1
ГОСТ 4234—77	2.1; 3.1
ГОСТ 6709—72	2.1
ГОСТ 17792—72	3.1
ГОСТ 20292—74	2.1
ГОСТ 24104—88	2.1; 3.1
ГОСТ 25336—82	2.1; 3.1
ГОСТ 27753.0—88	Вводная часть: 2.2.1.2; 2.4.1; 3.2.1.2; 3.4.1
ГОСТ 27753.1—88	1
ГОСТ 27753.2—88	2.3.1; 3.3.1

gost.e-ecolog.ru