ОСТ 256-2000
ОСТ 257-2000
ОСТ 258-2000

Сборник
отраслевых стандартов

Почвы. Методы анализа. Методики выполнения измерений концентраций фосфора и калия

Москва
2000

gost.e-ecolog.ru

МИНИСТЕРСТВО СЕЛЬСКОГО ХОЗЯЙСТВА
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СБОРНИК ОТРАСЛЕВЫХ СТАНДАРТОВ

ОСТ 256-2000 - ОСТ 258-2000

Почвы. Методы анализа. Методики выполнения измерений концентраций фосфора и калия.

Москва 2000

УДК 631.4 : 543
ББК 40.3

С 232

Разработчики: д-р с.х. наук В.Г. Сычёв, канд. хим. наук Е.Н. Ефремов, канд. биол. наук Ю.М. Логинов (руководитель разработки), канд. с.х. наук Л.П. Похлёбкина, А.Н. Стрельцов, Ю.В. Фролов.

Ответственный за выпуск от Управления химизации и защиты растений главный специалист Минсельхоза РФ **В.Ф. Залётин**

С 232 СБОРНИК ОТРАСЛЕВЫХ СТАНДАРТОВ. ОСТ 10 256-2000 - ОСТ 10 258-2000. Почвы. Методы анализа. Методики выполнения измерений концентраций фосфора и калия. – М. 2000

ОСТы предназначены для аналитических лабораторий отрасли, учебных, иаучно-исследовательских, и других учреждений, занимающихся агрохимическими исследованиями почв.

УДК 631.4 : 543
ББК 40.3

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время определение подвижного фосфора и калия в почвах в лабораториях агрохимической службы проводится по ГОСТ 26205–91 (метод Мачигина в модификации ЦИНАО), ГОСТ 26204–91 (метод Чирикова в модификации ЦИНАО), ГОСТ 26207–91 (метод Кирсанова в модификации ЦИНАО). Суть указанных методов с момента их первого утверждения и последующих переутверждений, как стандартных, фактически не менялась.

В то же время в последние годы в ЦИНАО разработана новая прогрессивная технология поточного определения подвижных соединений фосфора и калия в почвах при получении вытяжек методами Мачигина, Чирикова и Кирсанова, а так же новая методика прямого определения минерального фосфора в окрашенных органическими соединениями почвенных вытяжках.

Новизна предлагаемых методов заключается в том, что вместо фильтрования почвенную суспензию центрифугируют при 1200 - 1500 об/мин в технологических кассетах типа КМ или КБ в специально разработанной для этих целей центрифуге типа ЦЛ-2000. С помощью многоканального переливного устройства надосадочную жидкую фракцию переносят из технологических кассет в аналитические, которые поступают на автоанализатор проточного типа, управляемый компьютерной системой. Обработку результатов анализа проводит компьютер по специальной программе. По сравнению со стандартной новая технология обеспечивает высокую степень очистки жидкой фракции суспензии, более производительна и экономична (не требует использования дорогостоящей фильтровальной бумаги). Кроме этого, фотометрирование. подготовленных к анализу растворов по новой технологии производится в спектральном диапазоне 900 нм, что позволяет прямо определять только подвижный минеральный фосфор в окрашенных органическими соединениями почвенных вытяжках и, следовательно, более правильно оценивать обеспеченность растений этим элементом.

Новая технология и методы анализа фосфора и калия в почвах неоднократно публиковались в периодической печати и докладывались на симпозиумах и конференциях.

Внедрение новой технологии на ряде станций химизации показало её высокую эффективность. Некоторые агрохимические лаборатории работают по этой технологии более 5-ти лет.

Новые отраслевые стандарты не дублируют действующие ГОСТы и в то же время дают возможность внедрения прогрессивной технологии в производство отрасли.

Стандарты оформлены в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96 "Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений".

Стандарты предназначены для аналитических лабораторий отрасли, учебных, научно-исследовательских, и других учреждений, занимающихся агрохимическими исследованиями почв.

СОДЕРЖАНИЕ

Ост 256-2000. Стандарт отрасли. Методика выполнения измерений концентраций подвижных минеральных форм фосфора и калия по технологии ЦИНАО в углеаммонийной вытяжке из почв по Мачигину 5

Ост 257-2000. Стандарт отрасли. Методика выполнения измерений концентраций подвижных форм фосфора и калия по технологии ЦИНАО в солянокислой вытяжке из почв по Кирсанову 23

Ост 258-2000. Стандарт отрасли. Методика выполнения измерений концентраций подвижных форм фосфора и калия по технологии ЦИНАО в уксуснокислой вытяжке из почв по Чирикову..... 41

СТАНДАРТ ОТРАСЛИ

ПОЧВЫ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ КОНЦЕНТРАЦИЙ ПОДВИЖНЫХ МИНЕРАЛЬНЫХ ФОРМ ФОСФОРА И КАЛИЯ ПО ТЕХНОЛОГИИ ЦИНАО В УГЛЕАММОНИЙНОЙ ВЫТЯЖКЕ ИЗ ПОЧВ ПО МАЧИГИНУ

МИНСЕЛЬХОЗ РОССИИ

ПРЕДИСЛОВИЕ

1. РАЗРАБОТАН Центральным научно-исследовательским институтом агрохимического обслуживания сельского хозяйства (ЦИНАО)

2. УТВЕРЖДЁН зам. министра сельского хозяйства и продовольствия Российской Федерации В.И. Алгининым и введён в действие 20 мая 2000 года

3. ВВЕДЁН ВПЕРВЫЕ

4. В настоящем стандарте реализованы нормы Закона Российской Федерации "О стандартизации"

СОДЕРЖАНИЕ

1 Назначение и область применения 8

2 Нормативные ссылки 9

3 Требования к погрешности измерений 10

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы, химические реактивы 10

5 Метод измерений 11

6 Требования безопасности, охраны окружающей среды 12

7 Требования к квалификации операторов 12

8 Условия измерений 12

9 Подготовка к выполнению измерений 13

9.1 Подготовку почвенных проб проводят по ГОСТ 26205 13
9.2. Подготовка растворов и реактивов 13

10 Выполнение измерений 15

11 Обработка результатов измерений 18

12 Контроль точности результатов измерений 18

13 Оформление результатов измерений 18

Приложение А.Форма аналитической ведомости 19

Приложение Б. Библиография 20

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель министра
сельского хозяйства и
продовольствия Российской
Федерации



_____ И. Рогинин

_____ 2000 года

СТАНДАРТ ОТРАСЛИ

ПОЧВЫ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ КОНЦЕНТРАЦИЙ ПОДВИЖНЫХ МИНЕРАЛЬНЫХ ФОРМ ФОСФОРА И КАЛИЯ ПО ТЕХНОЛОГИИ ЦИНАО В УГЛЕАММОНИЙНОЙ ВЫТЯЖКЕ ИЗ ПОЧВ ПО МАЧИГИНУ

Дата введения 2000-05-20

1 Назначение и область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает инструментальную высокопроизводительную методику количественного химического анализа проб почв для определения в них содержания подвижных минеральных форм фосфора и калия при концентрации P_2O_5 в почвенной вытяжке от 0,0004 до 0,004 г/дм^3 или при массовой доли P_2O_5 в почве от 8 до 80 млн$^{-1}$, при концентрации K_2O в почвенной вытяжке от 0,002 до 0,020 г/дм^3 или при массовой доли K_2O в почве от 40 до 400 млн$^{-1}$.

1.2 Стандарт предназначен для определения подвижных форм 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 при проведении почвенного, агрохимического, мелиоративного обследования угодий, контроля за состоянием почв, а также других изыскательских и исследовательских работ.

Стандарт не распространяется на почвенные горизонты, содержащие гипс.

1.3 Метод основан на извлечении подвижных соединений фосфора и калия из почвы раствором углекислого аммония концентрации С = 10 г/дм^3 - 1 % $(NH_4)_2CO_3$ при отношении почвы к раствору 1:20 (вытяжка по Мачигину), разделением жидкой и твёрдой фаз почвенной суспензии с помощью центрифугирования и последующим определением в жидкой фазе суспензии концентрации фосфора спектрофотометрическим (колориметрическим) методом путём измерения оптической плотности синего фосфорно-молибденового комплекса в спектральном диапазоне 890 – 900 нм и концентрации калия пламеннофотометрическим методом путём измерения эмиссии пламени в спектральном диапазоне 768 нм.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты и технические условия:

ГОСТ 12.1.004-91 ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования.

ГОСТ 12.1.005-88 ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.

ГОСТ 12.1.007-76 ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.

ГОСТ 12.1.016-79 ССБТ. Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ.

ГОСТ 12.4.009-83 Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание.

ГОСТ 17.4.3.01-83 (СТ СЭВ 3847-82). Охрана природы. Почвы. Общие требования к отбору проб.

ГОСТ 1770-74 Аппараты, посуда и химико-лабораторное оборудование из стекла, фарфора и кварца.

ГОСТ 1770-74Е Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия.

ГОСТ 3760-79 (СТ СЭВ 3858-82). Аммиак водный. Технические условия.

ГОСТ 3762-78 Аммоний углекислый кислый. Технические условия.

ГОСТ 3765-78 Аммоний молибденовокислый. Технические условия.

ГОСТ 3770-75 Аммоний углекислый. Технические условия.

ГОСТ 4198-75 Калий фосфорнокислый однозамещённый. Технические условия.

ГОСТ 4204-77 Кислота серная. Технические условия.

ГОСТ 4234-77 Калий хлористый.

ГОСТ 6709-79 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 7584-89 Бумага лабораторная фильтровальная.

ГОСТ 18300-87 Спирт этиловый ректификованный, технический. Технические условия.

ГОСТ 24104-88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия.

ГОСТ 26169-91 (ИСО 648-77). Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой.

ГОСТ 26205-91 Почвы. Определение подвижных форм фосфора и калия по методу Мачигина в модификации ЦИНАО.

ГОСТ 29251-91 (ИСО 385-1-84). Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования.

ГОСТ 29251-91 Почвы. Общие требования к проведению анализов.

3 Требования к погрешности измерений

3.1 Границы допускаемой относительной погрешности измерений по данной методике при доверительной вероятности P = 0,95 составляют:

при массовой доле P_2O_5 в почве до 25 млн$^{-1}$ – 25 %;

при массовой доле P_2O_5 в почве свыше 25 млн$^{-1}$ – 15 %;

при массовой доле K_2O в почве до 125 млн$^{-1}$ – 15 %;

при массовой доле K_2O в почве свыше 125 млн$^{-1}$ – 10 %.

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы, химические реактивы

4.1 При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, технические средства и химические реактивы:

автоанализатор проточного типа ЦИАК-П или модернизированные автоанализаторы типа Мединген или АДМ-300;

колориметр типа КФК-3 или любой другой, обеспечивающий фотометрирование в спектральном диапазоне 900 нм;

фотометр пламенный автоматический типа ФПА-2 (необходим при неавтоматизированном ручном определении калия);

блок экстрагирования типа БЭ-1;

центрифуга лабораторная типа ЦЛ-2000;

устройство переливное типа ДП-02;

кассеты технологические типа КБ с крышками типа КК;

кассеты аналитические типа КА (или аналогичные с емкостями для автоанализатора АДМ-300);

весы квадрантные с устройством пропорционального дозирования типа ВКПД-40М с погрешностью не более 2% (могут быть заменены весами типа ВЛКТ-200 или

500 по ГОСТ 24104 с дозатором типа ДАЖ-115.1-2 или другим оборудованием с аналогичными характеристиками);

весы торговые двухплощадочные на 10 кг;

дозаторы Клычникова на 100 $см^3$;

цилиндры вместимостью 50 и 100 $см^3$ 2-го класса точности по ГОСТ 1770;

пипетки вместимостью от 5 до 50 $см^3$ 2-го класса точности по ГОСТ 20292;

бюретки вместимостью 25 или 50 $см^3$ 2-го класса точности по ГОСТ 20292;

посуда мерная лабораторная стеклянная 2-го класса точности по ГОСТ 1770;

колбы конические вместимостью 250 $см^3$;

аммиак водный по ГОСТ 3760, ч.д.а., раствор с массовой долей 25 % (молярной концентрации $C_{(NH4OH)} = 13{,}4 моль/дм^3$);

аммоний углекислый по ГОСТ 3770, х.ч. или ч.д.а. или аммоний углекислый кислый по ГОСТ 3762, х.ч. или ч.д.а.;

аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765;

кислота аскорбиновая;

калий сурьмяновиннокислый, ч.;

калий фосфорнокислый однозамещенный, по ГОСТ 4198, х.ч.;

калий хлористый, по ГОСТ 4234, х.ч.;

натрия гидроокись, по ГОСТ 4328, х.ч. или ч.д.а., титрованный раствор концентрации $C_{(NaOH)} = 0{,}1$ моль/$дм^3$, приготовленный по ГОСТ 25794.1;

серная кислота по ГОСТ 4204, х.ч. или ч.д.а., раствор концентрации $C_{(1/2\ H2SO4)} = 5$ моль/$дм^3$;

кислота соляная по ГОСТ 3118, титрованный раствор концентрации $C_{(HCl)} = 0.1$ моль/$дм^3$, приготовленный по ГОСТ 25794.1;

индикатор метиловый оранжевый по ТУ 6-09-5171, раствор концентрации 17,5 г/$дм^3$;

спирт этиловый, ректификованный, технический по ГОСТ18300;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

5 Метод измерений

5.1 Измерения концентрации подвижного минерального фосфора в окрашенных и не окрашенных органическими соединениями почвенных вытяжках выполняют методом колориметрии в неавтоматизированном режиме измерений вручную или на автоанализаторах путём определения светопоглощения подготовленных растворов в спектральном диапазоне 890 – 900 нм при базовой длине кюветы для неавтоматизированного варианта 20 мм, для автоматизированного 50 мм.

5.2 В случае, если оптическая плотность исходной почвенной вытяжки, окрашенной органическими соединениями, измеренная в спектральном диапазоне 710 нм в кювете с базой 10 нм превысит значение 0,200 *E*, измерения концентрации подвижного минерального фосфора проводят следующим образом.

В аликвоту исходной почвенной вытяжки добавляют реагент для окрашивания и проводят колориметрирование, как указано в 5.1. Параллельно в другую аликвоту этой же вытяжки добавляют реагент без окрашивающего компонента (молибденовокислого аммония) и так же проводят колориметрирование при тех же условиях. Разность между первым и вторым измерениями покажет концентрацию подвижного минерального фосфора в анализируемой почвенной вытяжке.

В случае использования автоанализатора описанная процедура выполняется с помощью программного обеспечения.

5.3 Измерения концентрации подвижного минерального калия в окрашенных и не окрашенных органическими соединениями почвенных вытяжках выполняют методом пламенной фотометрии в неавтоматизированном режиме измерений или на автоанализаторах путём определения интенсивности световой эмиссии в спектральном диапазоне 768 нм при поступлении в пламя аэрозоли подготовленных растворов.

6 Требования безопасности, охраны окружающей среды

6.1 При выполнении измерений концентраций подвижных минеральных форм фосфора и калия в почвенных образцах должны быть соблюдены требования безопасности при работе с агрессивными химическими веществами, горючими газами и электроустановками до 1000 В. При этом руководствуются следующими нормативными документами: ГОСТ 12.1.004, ГОСТ 12.1.005, ГОСТ 12.1.007, ГОСТ 12.1.016, ГОСТ 12.4.009; "Правила по охране труда при использовании химических веществ" [1]; "Гигиенические критерии оценки и классификация условий труда по показателям вредности и опасности факторов производственной среды, тяжести и напряженности трудового процесса. Минздрав России" [2]; "Аттестация рабочих мест" [3].

6.2 Для выполнения требований производственной санитарии места установки блоков и узлов автоанализатора должны быть оборудованы вытяжной вентиляцией (для пламенных фотометров), обеспечены заземлением, подводкой электрической сети переменного тока напряжением 220 В частотой 50 Гц, подводкой водопроводной сети и канализацией, безопасным подключением горючих газов и сжатого воздуха.

6.3 При выполнении требований охраны окружающей среды руководствуются публикацией: "Охрана труда и экологическая безопастность в химической промышленности" [4].

7 Требования к квалификации операторов

7.1 К выполнению измерений и обработке их результатов допускают лиц с высшим образованием по профессии химиков-аналитиков и инженеров-электронщиков, имеющих допуск к работе с агрессивными химическими веществами, горючими взрывоопасными газами и владеющими компьютерной и электронной техникой.

8 Условия измерений

8.1 При выполнении измерений соблюдают следующие условия.

Температура термостатирования и настаивания почвенной суспензии должна быть 25° С + – 2° С.

Экспозиция термостатирования 18 – 20 часов.

Температура жидкого теплообменника в термостате автоанализатора должна быть 65° С + – 0,1° С.

Колориметрирование растворов в спектральном диапазоне 900 нм.

Экспозиция развития окраски после добавления окрашивающего реагента в почвенную вытяжку при ручном варианте измерения должна быть не менее 15 и не более 60 минут при стабильной комнатной температуре в интервале от 18 до 25° С.

Фотометрирование пламени в спектральном диапазоне 768 нм.

9 Подготовка к выполнению измерений

9.1 Подготовку почвенных проб проводят по ГОСТ 26205.

Образцы почв доводят до воздушно-сухого состояния, измельчают, пропускают через сито с круглыми отверстиями диаметром 1 - 2 мм и хранят в емкостях кассет типа «А» или коробках. Пробу из коробки или емкости кассеты типа «А» отбирают меркой, ложкой или шпателем, предварительно перемешав почву на всю глубину коробки. Масса пробы при ручном варианте взвешивания - 5 г.

9.2 Подготовка растворов и реактивов.

9.2.1 Приготовление экстрагирующего раствора - углекислого аммония концентрации С = 10 г/дм^3 - 1 % $(NH_4)_2CO_3$ с pH 9,0.

Для приготовления 1 дм^3 раствора взвешивают 10 г углекислого аммония с погрешностью взвешивания не более 0,1 г, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 1 дм^3.

Если раствор готовят из кислого углекислого аммония и аммиака, предварительно уточняют концентрацию водного раствора аммиака. Для этого 1 см^3 водного аммиака разбавляют водой в мерной колбе до 100 см^3. Отбирают 20 см^3 приготовленного раствора в коническую колбу, прибавляют 2 капли метилового оранжевого и титруют раствором соляной кислоты концентрации $C_{(HCl)}$ = 0,1 моль/дм^3 до перехода желтой окраски в оранжевую. Молярную концентрацию раствора аммиака (С), моль/дм^3, вычисляют по уравнению:

$$C = C_1 \cdot V \cdot 100 / V_1, \qquad (1)$$

где C_1 - концентрация раствора соляной кислоты, моль/дм^3;

V - объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, см^3;

V_1 - объем раствора аммиака, отобранный для титрования, см^3;

100 - коэффициент разведения водного раствора аммиака перед титрованием.

Для приготовления 1 дм^3 экстрагирующего раствора взвешивают 8,22 г кислого углекислого аммония с погрешностью не более 0,01 г, 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:

$$V_2 = 107{,}2/C, \qquad (2)$$

где 107,2 - количество ммоль аммиака;

С - молярная концентрация водного раствора аммиака, установленная титрованием, ммоль/см^3.

Приготовленный экстрагирующий раствор тщательно перемешивают и измеряют его pH. Если pH < 9,0 - к раствору прибавляют водный аммиак, если pH > 9,0 - к раствору прибавляют углекислый аммоний или кислый углекислый аммоний. После установления требуемого значения pH титрованием проверяют концентрацию углекислого аммония в растворе. Для этого в три конические колбы отбирают по 5 см^3

приготовленного раствора, прибавляют по 50 $см^3$ воды, 2 капли метилового оранжевого и титруют раствором соляной кислоты концентрации C_{HCl}= 0,1 моль/$дм^3$ до перехода желтой окраски в оранжевую. Для вычисления используют среднее арифметическое значение результатов трех титрований. Точную концентрацию раствора углекислого аммония ($1/2(NH_4)_2CO_3$) моль/$дм^3$ вычисляют по уравнению:

$$C_2 = C_1 \cdot V_3 / V_4, \qquad (3)$$

где C_2 - концентрация углекислого аммония, моль/$дм^3$;

C_1 - концентрация раствора соляной кислоты, моль/$дм^3$;

V_3 - объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, $см^3$;

V_4 - объем раствора углекислого аммония, отобранный на титрование, $см^3$.

Допускается использование раствора углекислого аммония концентрации от 0,198 до 0,202 моль/$дм^3$. 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.

9.2.2 Приготовление окрашивающего раствора.

9.2.2.1 Приготовление реактива А.

Навески молибденовокислого аммония 6,0 г с погрешностью взвешивания не более 0,1 г и сурьмяновиннокислого калия 0,15 г с погрешностью взвешивания не более 0,01 г растворяют, соответственно, в 200 и 100 $см^3$ воды при слабом нагревании. Охлажденные растворы приливают к 500 $см^3$ раствора серной кислоты концентрации $C_{(1/2\ H2SO4)}$ = 5 моль/$дм^3$ и доводят объем водой до 1 $дм^3$. Раствор тщательно перемешивают и хранят в склянке из темного стекла.

9.2.2.2 Приготовление реактива Б.

Навеску аскорбиновой кислоты 1,2 г с погрешностью взвешивания не более 0,01 г растворяют в 220 $см^3$ реактива А, доводят объем раствора дистиллированной водой до 1 $дм^3$ и тщательно перемешивают. Раствор может храниться несколько дней в холодильнике.

9.2. 3 Приготовление реактивов без окрашивающих реагентов.

9.2. 3.1 Приготовление серной кислоты 1/2 H_2SO_4 концентрации 5 моль/$дм^3$.

В литровую мерную колбу приливают 500 $см^3$ раствора серной кислоты концентрации $C_{(1/2\ H2SO4)}$ = 5 моль/$дм^3$ и доводят объем водой до 1 $дм^3$. Раствор тщательно перемешивают и хранят в закрытой склянке.

9.2.3.2 Приготовление серной кислоты для коагуляции органической компоненты вытяжки.

Объём 220 $см^3$ реактива, приготовленного по 9.2.3.1, переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Раствор хранят в герметично закрытых ёмкостях.

9.2.4 Приготовление исходного раствора массовой концентрации P_2O_5 - 0,1 г/$дм^3$ и K_2O - 0,5 г/$дм^3$.

Навески 0,192 г однозамещенного фосфорнокислого калия и 0,686 г хлористого калия с погрешностью взвешивания не более 0,001 г помещают в мерную колбу

вместимостью 1 дм^3, растворяют в экстрагирующем растворе, доводят объем раствора до метки и тщательно перемешивают. Раствор хранят в герметично закрытых емкостях.

9.2.5 Приготовление воды для промывки гидравлической системы автоанализатора.

Раствор готовят из расчета 200 см^3 этилового спирта на 10 дм^3 дистиллированной воды.

9.2.6 Приготовление градуировочных растворов.

В мерные колбы вместимостью 250 см^3 помещают указанные в таблице 1 объемы исходного раствора, приготовленного по 9.2.4. Объемы растворов доводят до метки экстрагирующим раствором - 1 % $(NH_4)_2CO_3$.

Таблица 1

№ раствора п/п	Объем исходного раствора, см^3	Концентрация P_2O_5, мг/дм^3	Содержание P_2O_5, мг/кг почвы	Концентрация K_2O, мг/дм^3	Содержание K_2O, мг/кг почвы
1	1 % $(NH_4)_2CO_3$	0	0	0	0
2	1	0,4	8	2	40
3	2	0,8	16	4	80
4	3	1,2	24	6	120
5	5	2	40	10	200
6	10	4	80	20	400
7	20	8	160	40	800

ПРИМЕЧАНИЕ - Во избежание пузырьков воздуха на внутренних стенках кювет градуировочные растворы следует готовить на прокипяченной воде или на воде непосредственно из-под дистиллятора. Такую же воду используют для магистрали промывки с добавлением этилового спирта из расчета 20 см^3 спирта на 1 дм^3 воды.

9.2.7 Шкала для градуировки колориметров и пламенных фотометров при автоматизированном варианте измерений.

Для градуировки колориметров и пламенных фотометров используют 11-гнездную кассету (в случае укомплектования приборов этими кассетами), заполненную градуировочными растворами в следующем порядке:

№ ячейки	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	S
1-й ряд	5	1	1	2	3	4	5	6	7	1	1
2-й ряд	5	1	1	2	3	4	5	6	7	1	1

ПРИМЕЧАНИЯ

1.В гнездах даются номера градуировочных растворов.

2. В случае использования 10-гнездных кассет заполняют ее в том же порядке (одиннадцатый раствор отбрасывают).

10 Выполнение измерений

10.1 При выполнении измерений проводят следующие операции.

10.1.1 Получение вытяжки из почвы.

Пробы почвы массой около 5 г специальной меркой загружают в бункер весов ВКПД-40М, которые автоматически взвешивают и переносят навеску в емкости кассет КБ [5]. Затем с помощью устройства пропорционального дозирования к почвенным

пробам автоматически добавляется 1 % углекислый аммоний пропорционально массе навески в соотношении почвы к раствору 1:20.

В случае отсутствия весов ВКПД-40М, отвешивают на весах ВЛКТ-200 (500) пробы почвы массой 5 г с погрешностью взвешивания 0,1 г, пересыпают в емкости кассет КБ и дозатором любой марки с погрешностью дозирования 1% приливают 100 $см^3$ экстрагирующего раствора.

Содержимое кассет закрывают крышками типа КК (при этом на резиновую ленту предварительно накладывают полиэтиленовую пленку) и взбалтывают в течение 5 минут на взбалтывателе типа БЭ-1 [6]. Затем кассеты с содержимым оставляют в вертикальном положении на 18-20 часов. После этого они встряхиваются и центрифугируются.

Перед загрузкой в центрифугу кассеты (без крышек) уравновешивают на торговых весах с помощью грузиков-балансов с точностью 5-10 г. Как правило, на весы ставят 4 кассеты (по две на каждую площадку). Весы заранее регулируют с помощью дополнительного груза так, чтобы стрелка весов была уравновешена на делении 500 г (в центре циферблата). После взбалтывания кассет вручную их загружают в центрифугу и центрифугируют в течение 3-х минут при скорости вращения ротора 1100-1200 оборотов в минуту (еще 3 минуты требуется для остановки центрифуги). Далее с помощью 10-канального переливного устройства ДП-02 производится перенос надосадочной осветленной жидкой фракции суспензии из технологических кассет КБ в аналитические кассеты типа КА в случае автоматизированного варианта измерений или из технологических кассет КБ в технологические кассеты типа КС в случае ручного варианта измерений. Для того, чтобы избежать переноса плавающих в жидкости растительных остатков, на заборные трубки переливного устройства необходимо надеть капроновые сетки с ячейками 0,10-0,15 мм. Аналитические кассеты, заполненные анализируемыми растворами, поступают на проточный анализатор типов ЦИАК-П, АДМ-300 (модернизированный вариант) или Мединген (модернизированный вариант).

10.1.2 Измерение концентраций фосфора и калия в почвенных вытяжках с использованием автоанализаторов проточного типа.

10.1.2.1 Последовательно включают термостат (t° С от 50 до 70), пламенный фотометр (режимы работы пламенного фотометра указаны в инструкции), колориметр, автомат подачи проб, компьютер (в последнюю очередь). Устанавливают согласно инструкции и прижимают зажимами шланги перистальтического насоса. Заборные шланги всех каналов опускают в емкость с дистиллированной водой со спиртом. Выбирают согласно инструкции режим работы автомата подачи проб. Для модернизированных автоанализаторов типа АДМ-300 или Мединген время отбора пробы составляет 3-5 сек., время промывки - 30 – 35 сек. Для автоанализаторов типа ЦИАК-П время отбора пробы - 3-5 сек., время промывки - 30 – 35 сек., время установки механизмов подачи кассет в исходное положение (время перемотки) - 8 сек.

Выводят на экран монитора режим "График" и контролируют стабильность базовых линий всех каналов. При необходимости регулируют или устраняют неисправности согласно инструкции. Устанавливают "размах" шкалы по инструкции к каждому типу автоанализаторов.

Опускают все заборные шланги в соответствующие растворы согласно гидравлической схемы автоанализатора и промывают гидравлическую систему прибора в течение 5-10 мин.

Установив кассету с градуировочной шкалой и включив автомат подачи проб, контролируют графическое изображение ее на экране монитора. Убедившись, что все режимы работают в норме, а в гидравлической системе отсутствуют градуировочные пробы (базовая линия имеет нулевое значение), устанавливают на автомат подачи проб анализируемые растворы. При этом, первую кассету (под нулевым номером) ставят с градуировочной шкалой.

Вводят в компьютер согласно программе все необходимые данные и включают систему в работу. Полученные результаты выводят на экран монитора и распечатывают с помощью принтера.

10.1.2.2 В случае, если необходимо анализировать образцы с характеристиками, указанными в 5.2 на 2-х канальных (один канал для определения фосфора, один канал для определения калия) автоанализаторах типа ЦИАК-П, после выполнения операций, указанных в 9.1.2.1 ёмкость с реактивом Б заменяют на ёмкость с реактивом без окрашивающего компонента (9.2.3.2.) и по прежней градуировке анализируют те же самые пробы в той же последовательности. Компьютерная программа автоанализатора обеспечит необходимые расчеты по определению концентраций подвижных минеральных форм фосфора в сильно окрашенных органической компонентой почвенных вытяжках.

10.1.2.3 В случае, если необходимо анализировать образцы с характеристиками, указанными в 5.2 на 4-х канальных (два канала для определения фосфора, два канала для определения калия) автоанализаторах типа АДМ, каждую анализируемую вытяжку заливают в две параллельные ёмкости двухрядных аналитических кассет.

Прибор настраивают в режиме "Градуировка", после этого в гидравлической системе одного из каналов окрашивающий реактив заменяют на реактив, приготовленный по 9.2.3.2, и проводят измерения согласно инструкции по работе прибора. Компьютерная программа автоанализатора обеспечит необходимые расчеты по определению концентраций подвижных минеральных форм фосфора в сильно окрашенных органической компонентой почвенных вытяжках.

10.1.3 Измерение концентраций фосфора и калия в почвенных вытяжках в неавтоматизированном режиме измерений с использованием колориметра типа КФК-3 и пламенного фотометра типа ФПА-2.

10.1.3.1 Для определения фосфора отбирают по 15 $см^3$ градуировочных растворов и почвенных вытяжек. К пробам прибавляют по 35 $см^3$ реактива Б, приготовленного по 9.2.2.2.

Окрашенные растворы фотометрируют не раньше чем через 15 мин и не позднее чем через 60 мин после добавления реактива Б.

Используют кювету с базой не менее 20 мм и спектральный диапазон 890 –900 нм.

Следят за появлением пузырьков газа на внутренних стенках кюветы и осаждением коагулированной компоненты, которая должна быть во взвешенном состоянии. В случае возникновения этих явлений раствор выливают и вновь заливают в кювету.

10.1.3.2 В случае, если необходимо измерять концентрацию фосфора в образцах с характеристиками, указанными в 5.2, вначале проводят фотометрирование раствора как указано в 10.1.3.1, затем отбирают 15 $см^3$ той же вытяжки и к отобранной пробе добавляют 35 $см^3$ реактива приготовленного по 9.2.3.2.

Фотометрирование второго раствора проводят при условиях, указанных в 10.1.3.1.

Разность между измерениями, полученными в первом и во втором случаях определит содержание подвижного минерального фосфора в исходной почвенной вытяжке.

10.1.3.3 Для определения калия градуируют прибор с помощью градуировочных растворов и проводят измерения концентрации калия в исходных почвенных вытяжках согласно инструкции по работе прибора.

11 Обработка результатов измерений

11.1 Обработку результатов измерений для автоматизированного варианта выполняют программным способом с помощью компьютера, входящего в систему. Построение градуировочного графика, учёт влияния различных факторов на результаты измерений, расчет концентраций фосфора и калия в почвенной пробе, печать результатов измерений осуществляет программа, встроенная в компьютер.

11.2 Обработку результатов измерений для неавтоматизированного варианта выполняют путём построения градуировочного графика по ГОСТ 29269.

12 Контроль точности результатов измерений

12.1 Контроль за работой и точностью результатов измерений аналитических комплексов типа ЦИАК-П или АДМ, отдельных колориметра и пламенного фотометра осуществляются в соответствии с руководством "Методика поверки автоанализаторов, колориметров и пламенных фотометров при определении подвижных форм фосфора и калия в почвенных вытяжках, полученных методами Кирсанова, Чирикова, Мачигина в модификации ЦИНАО." [7].

12.2 Для контроля правильности работы аналитического комплекса и отдельных приборов используют стандартные растворы ЦИНАО с аттестованным значением фосфора и калия [8].

12.3 Контроль правильности работы всей поточной линии осуществляют в соответствии с руководством "Методические указания по проведению контроля качества анализов почв в лабораториях единой специализированной агрохимической службы" [9]. При этом используют Государственные стандартные образцы с соответствующей инструкцией по применению или стандартные образцы предприятия.

13 Оформление результатов измерений

13.1 Результаты измерений оформляют протоколом, форма которого приведена в приложении А.

В случае использования автоматизированного варианта измерений форма протокола результатов измерений и данные анализа печатаются автоматически на бумаге и выводятся на экран монитора с сохранением всех данных на электронном носителе информации.

В случае использования неавтоматизированного варианта измерений форма протокола результатов измерений и данные анализа оформляют вручную и подшивают в общую ведомость.

Приложение А

(Рекомендуемое)

Аналитическая ведомость №

Область: Анализ проведён_____2000

Район:

Хозяйство:

Поле:

№	Р	К
1		
2		
3		
4		
5		
6		
7		
8		
9		
...		

Анализ провёл _____
(Ф И О, подпись)

Приложение Б

(Справочное)

Библиография

В настоящем стандарте при его разработке использованы следующие библиографические материалы.

[1] ПОТ Р М-004-97. Правила по охране труда при использовании химических веществ. Москва. 1998.

[2] Р 2.2.755-99. Гигиенические критерии оценки и классификация условий труда по показателям вредности и опасности факторов производственной среды, тяжести и напряженности трудового процесса. Руководство. Минздрав России. Москва. 1999.

[3] Аттестация рабочих мест. Композит. 1998.

[4] Охрана труда и экологическая безопасность в химической промышленности. Москва. Химия. 1988.

[5] Каталог новых приборов и оборудования для почвенно-агрохимических исследований. Москва. "Колос". 1980.

[6] Руководство по организации, наладке и проверке работы поточных линий массовых анализов почв и растений на содержание макро- и микроэлементов с помощью нового оборудования. Москва - 1983 г.

[7] Методика поверки автоанализаторов, колориметров и пламенных фотометров при определении подвижных форм фосфора и калия в почвенных вытяжках, полученных методами Кирсанова, Чирикова, Мачигина в модификации ЦИНАО. Утверждена Заместителем министра сельского хозяйства и продовольствия Российской Федерации 22 января 1996 года.

[8] Методика приготовления стандартных растворов солей фосфора и калия для аттестации, поверки и градуировки автоанализаторов, колориметров и пламенных фотометров при определении подвижных форм фосфора и калия в почвенных вытяжках, полученных методами Кирсанова, Чирикова и Мачигина в модификации ЦИНАО. Утверждена Заместителем министра сельского хозяйства и продовольствия Российской Федерации 22 января 1996 года.

[9] Методические указания по проведению контроля качества анализов почв в лабораториях единой специализированной агрохимической службы. Москва – 1985 г.

Директор Центрального научно-исследовательского института агрохимического обслуживания сельского хозяйства (ЦИНАО) — В.Г. Сычёв

Руководитель службы стандартизации ЦИНАО — Е.Н. Ефремов

Руководитель разработки, заведующий отделом разработки приборов и инструментальных методов анализа ЦИНАО — Ю.М. Логинов

Исполнители.

Ведущий научный сотрудник ЦИНАО — Л.П. Похлёбкина

Старший научный сотрудник ЦИНАО — А.Н. Стрельцов

Старший научный сотрудник ЦИНАО — Ю.В. Фролов

Соисполнители.

Заместитель руководителя департамента растениеводства, химизации и защиты растений Минсельхозпрода РФ. — П.Г. Максимов

СОГЛАСОВАНО.

Руководитель департамента растениеводства, химизации и защиты растений Минсельхозпрода РФ. — С.Н. Саленков

И.о. руководителя департамента продовольственных рынков, стандартизации, сертификации и качества продукции — А.Н. Рассказов

УДК 631.4:543 С 09

Ключевые слова: почва, фосфор, калий, химический анализ, поточная технология, центрифугирование, автоанализатор, спектрофотометрия, пламенная фотометрия.

СБОРНИК ОТРАСЛЕВЫХ СТАНДАРТОВ

ОСТ 256-2000 - ОСТ 258-2000

Почвы. Методы анализа. Методики выполнения измерений концентраций фосфора и калия.

Ответственный за выпуск В.Ф.Залетин

Координатор Шестопалов А.В.
Художественный, технический редактор Карпов А.В.
Компьютерная верстка Перова Т.А.

Издательство "Агро-Вестник"

Изд. лиц. ЛР № 021259 от 05.12.97.
Подписано в печать 23.10.2000. Бумага «COPY LINE".
Формат 60 × 84/8. Гарнитура «Таймс». Печать ризографическая. Усл. печ. л. 3,5. Тираж 500. Заказ 179

АМБ-агро. 111621, Москва, ул. Оренбургская, 15 "б"

gost.e-ecolog.ru