УДК 631.86 : 546.32.06 : 006.354 Группа Л19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

УДОБРЕНИЯ ОРГАНИЧЕСКИЕ

Метод определения общего калия

Organic fertilizers. Method for determination of total potassium

ГОСТ 26718—85

ОКСТУ 2109

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 декабря 1985 г. № 4213 срок действия установлен

с 01.01.87

до 01.01.92

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на органические удобрения и устанавливает пламенно-фотометрический метод определения массовой доли общего калия.

Метод основан на минерализации сухого органического удобрения при нагревании с концентрированной серной кислотой в присутствии перекиси водорода или смешанного катализатора с последующим определением общего калия в минерализате фотометрированием интенсивности излучения калия.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 26712—85 со следующим дополнением.

Для определения массовой доли общего калия используют сухой остаток навески после определения массовой доли влаги.

Если определение массовой доли общего калия проводят через 12 ч и более после определения массовой доли влаги, остаток навески подсушивают в сушильном шкафу при температуре 100—105 °С в течение 1 ч. Из подсушенного остатка после тщательного перемешивания отбирают навеску для анализа. Масса навески должна быть 1,0 г.

Взвешивание проводят с погрешностью не более 0,001 г.

gost.e-ecolog.ru

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Для проведения анализа применяют:

весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104—80;

фотометр пламенный типа ФП-101, ЦЕЙС-III или другой прибор, имеющий такие же метрологические характеристики;

нагреватель колб типа НК или другое аналогичное устройство, или газовые горелки;

колбы Кьельдаля исполнения 1 и 2, вместимостью 250 см³ по ГОСТ 25336—82;

колбы мерные исполнения 1 или 2, вместимостью 250, 500 и 1000 см³, 2-го класса точности, Н, по ГОСТ 1770—74;

стаканы химические исполнения 1, вместимостью 50 см³ по ГОСТ 25336—82;

бюретки исполнения 1 или 2, вместимостью 50 см³, 2-го класса точности по ГОСТ 20292—74;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77;

перекись водорода по ГОСТ 10929—76, раствор массовой долей 30%;

медь сернокислую по ГОСТ 4165—78;

селен металлический, порошок;

калия фосфат однозамещенный по ГОСТ 4198—75.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление смешанного катализатора — по ГОСТ 26715—85.

3.2. Приготовление образцового раствора однозамещенного фосфорнокислого калия — по ГОСТ 26717—85.

3.3. Приготовление растворов сравнения

В мерные колбы вместимостью 500 см³ помещают указанные в табл. 1 объемы образцового раствора, приготовленного по п. 3.2. В каждую колбу доливают до половины объема дистиллированную воду, добавляют по 15 см³ концентрированной серной кислоты, после охлаждения содержимого колб объемы растворов доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Таблица 1

Характеристика раствора	Номер раствора сравнения								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Объем образцового раствора, см³	0	1	5	10	15	20	25	30	35
Массовая доля K_2O, % на сухой продукт	0	0,03	0,16	0,33	0,50	0,66	0,82	0,99	1,16

Растворы сравнения хранят в холодильнике не более 3 мес.

Растворы сравнения используют для градуировки пламенного фотометра в день проведения анализа.

Фотометрирование растворов сравнения проводят одновременно с анализируемыми растворами.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Минерализация пробы сухого органического удобрения в присутствии смешанного катализатора или перекиси водорода — по ГОСТ 26715—85.

4.2. Разведение минерализата — по ГОСТ 26715—85.

4.3. Определение общего калия

В химические стаканы вместимостью 50 см^3 помещают анализируемые растворы, полученные по п. 4.2, и растворы сравнения, вводят их в пламенный фотометр и снимают показания прибора.

Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт в тех же условиях и с тем же количеством реактивов, но без анализируемого продукта, для внесения поправки в результат анализа с целью учета содержания примесей калия в реактивах.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. По результатам определения оптической плотности растворов сравнения в день проведения анализа строят градуировочный график, отмечая по оси абсцисс массовую долю общего калия в процентах на сухой продукт, а по оси ординат — соответствующие им значения оптической плотности.

Каждая точка градуировочного графика должна представлять собой среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Для построения градуировочного графика необходимо иметь не менее пяти точек, которые должны быть равномерно распределены по диапазону измерений.

Градуировочный график должен представлять собой прямую линию.

Пользуясь градуировочным графиком, по результатам определения оптической плотности анализируемых растворов находят массовую долю общего калия в процентах.

Массовую долю общего калия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X=X_1-X_2,$$

где X_1 — массовая доля общего калия в анализируемой пробе найденная по градуировочному графику, % на сухой продукт;

X_2 — массовая доля общего калия в контрольном опыте, найденная по градуировочному графику, %.

Пересчет результата анализа определения массовой доли общего калия на продукт с исходной влажностью проводят по ГОСТ 26712—85.

Если результат измерения оптической плотности анализируемого раствора выходит за пределы градуировочного графика, определение повторяют, предварительно разбавив минерализат дистиллированной водой. Результат, полученный по графику, умножают на коэффициент P, показывающий во сколько раз проведено разбавление, который вычисляют по формуле

$$P = \frac{V_1}{V},$$

где V_1 — объем разбавленного раствора, см³;

V — объем исходного раствора, взятый для разбавления, см³.

5.2. Оценка результатов анализа и контроль точности — по ГОСТ 26712—85.

5.3. Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля общего калия, % на сухой продукт	Допускаемые расхождения, %
До 0,5	0,03
От 0,5 до 1,0	0,05
» 1,0 » 3,0	0,1

5.4. Предел возможных значений погрешности определения массовой доли общего калия при доверительной вероятности $P=0{,}95$ составляет, %:

±0,03 — при массовой доле общего калия до 0,5%;

±0,05 — от 0,5 до 1%;

±0,1 — от 1 до 3%.

gost.e-ecolog.ru