УДК 631.86 : 546.18.06 : 006.354 Группа Л19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

УДОБРЕНИЯ ОРГАНИЧЕСКИЕ

Метод определения общего фосфора

Organic fertilizers. Method for determination of total phosphorus

ГОСТ 26717—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 фотометрический метод определения массовой доли общего фосфора.

Метод основан на минерализации сухого органического удобрения при нагревании с концентрированной серной кислотой в присутствии перекиси водорода или смешанного катализатора с последующим определением оптической плотности окрашенного фосфорно-молибденового комплекса, восстановленного до молибденовой сини.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

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

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

Если определение массовой доли общего фосфора 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 сухого остатка, после его 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;

фотоэлектроколориметр или спектрофотометр любого типа;

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

кольбы Къельдаля исполнения 1 или 2, вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336—82;

колбы мерные исполнения 1 или 2, вместимостью 250, 500, 1000 и 2000 $см^3$, 2-го класса точности, Н, по ГОСТ 1770—74;

колбы конические исполнения 1 или 2, вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 25336—82;

стаканы химические исполнения 1, вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 25336—82;

банки бытовые по ГОСТ 5717—81 в кассетах;

шприц-дозатор вместимостью 2,0 $см^3$ или градуированные пипетки 2-го класса точности по ГОСТ 20292—74;

пипетки исполнения 6 или 7, вместимостью 5, 10 и 25 $см^3$, 2-го класса точности, О, по ГОСТ 20292—74;

цилиндры исполнения 1 или 2, вместимостью 50, 100 и 200 $см^3$, 2-го класса точности, Н, по ГОСТ 1770—74;

бюретки исполнения 1 или 2, вместимостью 25 $см^3$, 2-го класса точности по ГОСТ 20292—74;

пипетки исполнения 4 или 5, вместимостью 1 и 2 $см^3$, 2-го класса точности по ГОСТ 20292—74;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, раствор молярной концентрации 2,5 моль/$дм^3$;

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

аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78;

калий сурьмяновиннокислый;

кислоту аскорбиновую;

калия фосфат однозамещенный по ГОСТ 4198—75;

медь сернокислую по ГОСТ 4165—78;

селен металлический, порошок.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление смешанного катализатора — по ГОСТ 26715—85

3.2. Приготовление раствора серной кислоты молярной концентрации 2,5 моль/$дм^3$

600—700 $см^3$ дистиллированной воды помещают в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ и приливают 140 $см^3$ концентрированной

серной кислоты. Содержимое колбы при этом разогревается. После охлаждения содержимого колбы объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор хранят в холодильнике не более 3 мес.

3.3. Приготовление реактива А

12,0 г молибденовокислого аммония помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³ и приливают дистиллированную воду до метки.

0,29 г сурьмяновиннокислого калия помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и приливают дистиллированную воду до метки.

После перемешивания и растворения реактивов оба раствора сливают в мерную колбу вместимостью 2000 см³ и добавляют 1 см³ раствора серной кислоты молярной концентрации 2,5 моль/дм³. После тщательного перемешивания раствора и его охлаждения объем доводят до метки дистиллированной водой.

Реактив хранят в склянке из темного стекла в холодильнике не более 3 мес.

3.4 Приготовление реактива Б

0,53 г аскорбиновой кислоты помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³ и приливают 100 см³ реактива А. После растворения аскорбиновой кислоты объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор готовят и используют в день анализа.

3.5. Приготовление образцового раствора однозамещенного фосфорнокислого калия

1,916 г предварительно высушенного до постоянной массы при температуре 105—110°С однозамещенного фосфорнокислого калия растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 дм³ и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Полученный раствор тщательно перемешивают.

В 1 см³ полученного раствора содержится 1 мг P_2O_5 и 0,66 мг K_2O.

Раствор используют для приготовления растворов сравнения при определении фосфора и калия.

3.6. Приготовление растворов сравнения

В мерные колбы вместимостью 500 см³ помещают указанные в табл. 1 объемы образцового раствора, приготовленного по п. 3.5. В каждую колбу доливают до половины объема дистиллированную воду, добавляют 15 см³ концентрированной серной кислоты. После охлаждения объем раствора в колбах доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Растворы сравнения хранят в холодильнике не более 3 мес.

Растворы сравнения используют для градуировки фотоэлектроколориметра в день проведения анализа.

Таблица 1

Характеристика раствора	Номер раствора сравнения									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Объем образцового раствора, $см^3$	0	2	4	6	8	10	12	16	20	25
Массовая доля P_2O_5, % на сухой продукт	0	0,10	0,20	0,30	0,40	0,50	0,60	0,80	1,00	1,25

Окрашивание растворов сравнения проводят аналогично окрашиванию анализируемых растворов и одновременно с ними.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

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

4.2. Разведение минерализата — по ГОСТ 26715—85.

4.3. Определение общего фосфора

В химические стаканы или конические колбы вместимостью 100 $см^3$ или бытовые банки в кассетах помещают по 2 $см^3$ анализируемого раствора и растворов сравнения, добавляют по 50 $см^3$ реактива Б, перемешивают и оставляют растворы на 30 мин при комнатной температуре для полного развития окраски. Оптическую плотность растворов измеряют относительно раствора сравнения № 1 на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром или на спектрофотометре при длине волны 710 нм, используя кюветы толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

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 фосфора в реактивах.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. По результатам определения оптической плотности окрашенных растворов сравнения в день проведения анализа строят градуировочный график, отмечая по оси абсцисс массовую долю общего фосфора 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 определений оптической плотности анализируемых растворов находят массовую долю общего фосфора в процентах.

Массовую долю общего фосфора (X) в процентах в сухом удобрении вычисляют по формуле

$$X = X_1 - X_2,$$

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

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

Пересчет результатов анализа общего фосфора 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, см^3;

V — объем исходного раствора, взятый для разведения, см^3.

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 фосфора, % на сухой продукт	Допускаемые расхождения, %
До 1,0	0,05
От 1,0 до 2,0	0,1
» 2,0 » 5,0	0,2
Более 5,0	0,3

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

$\pm 0,05$ — при массовой доле общего фосфора от 0,2 до 1%;

$\pm 0,1$ — от 1 до 2%;

$\pm 0,2$ — от 2 до 5%;

$\pm 0,3$ — св. 5%.

gost.e-ecolog.ru